

**ADRIANA MÁRCIA VAVASSORI KHALIL**

**ESTUDO DO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA A PLASMA PARA  
DEPOSIÇÃO DE TITÂNIO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-  
Graduação em Engenharia de Materiais e  
Processos (PIPE), Área de Concentração de  
Engenharia e Ciência dos Materiais do Setor de  
Tecnologia da Universidade Federal do Paraná,  
como requisito parcial à obtenção do grau de  
Mestre.

Orientador: Prof. Dr. Ramón Sigifredo Cortés Paredes

**CURITIBA**

**2009**

**ADRIANA MÁRCIA VAVASSORI KHALIL**

**ESTUDO DO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA A PLASMA PARA  
DEPOSIÇÃO DE TITÂNIO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-  
Graduação em Engenharia de Materiais e  
Processos (PIPE), Área de Concentração de  
Engenharia e Ciência dos Materiais do Setor de  
Tecnologia da Universidade Federal do Paraná,  
como requisito parcial à obtenção do grau de  
Mestre.

Orientador: Prof. Dr. Ramón Sigifredo Cortés Paredes

**CURITIBA**

**2009**

**ADRIANA MÁRCIA VAVASSORI KHALIL**

**ESTUDO DO PROCESSO DE ASPERSÃO TÉRMICA A PLASMA PARA  
DEPOSIÇÃO DE TITÂNIO**

Dissertação aprovada como requisito parcial à obtenção do grau de Mestre no Programa de Pós-Graduação em Engenharia de Materiais e Processos (PIPE), Área de Concentração Engenharia e Ciência dos Materiais, da Universidade Federal do Paraná, pela comissão formada pelos professores:

*A alegria está na luta, na tentativa, no sofrimento envolvido e não na vitória propriamente dita.*

**Mahatma Gandhi**



*Aos meus queridos pais ,  
cujo amor e apoio são eternos*

*Ao meu filho e meu esposo  
por existirem em minha vida*

## **AGRADECIMENTOS**

Palavras não são suficientes para expressar minha gratidão a todos que de alguma maneira contribuíram para a realização desta pesquisa.

DEUS por ter colocado em meu caminho almas tão iluminadas e dotadas de tamanha Sabedoria.

Meus queridos pais que nunca mediram esforços para me proporcionar condições para que atingisse meus objetivos.

Minhas irmãs que, cada uma a sua maneira , muito me ensinaram.

Meu filho Vinícius , melhor pedaço de mim, presente de Deus ,que me revigora a cada dia ,dá sentido a minha existência, e torna minha passagem por este mundo mais radiante.

Meu amado esposo Cristian pelo carinho, compreensão e apoio em todos o momentos.

Ao meu orientador professor Dr . Ramón S. C. Paredes pela paciência,e pelos preciosos comentários que muito enriqueceram esta dissertação.

## SUMÁRIO

|   |    |
|---|----|
| 1.Introdução .....                                    | 18 |
| 1.1.Motivação para o trabalho .....                   | 18 |
| 1.2.Objetivos do trabalho .....                       | 20 |
| 2.Revisão da literatura .....                         | 21 |
| 2.1.Osteointegração.....                              | 21 |
| 2.1.1.Natureza da ligação osso x implante.....        | 24 |
| 4.3. Força de ligação osso x implante .....           | 29 |
| 2.2.Biomateriais .....                                | 29 |
| 2.3.Titânio e ligas à base de titânio.....            | 35 |
| 2.3.1. Microestruturas e propriedades do titânio..... | 42 |
| 2.4. Normatização e qualidade das próteses .....      | 44 |
| 2.5. Tratamentos superficiais .....                   | 45 |
| 2.5.1. Aspersão térmica.....                          | 51 |
| 2.5.1.1. Histórico da aspersão térmica .....          | 53 |
| 2.5.1.2. Processos aspersão térmica .....             | 54 |
| 2.6. Técnicas de caracterização.....                  | 65 |
| 2.6.1. Microscopia eletrônica de varredura.....       | 65 |
| 2.6.2.Nanoindentação.....                             | 66 |
| 2.6.3. Difratometria raios .....                      | 69 |
| 2.6.4. Rugosidade.....                                | 70 |

|   |     |
|---|-----|
| 3 . Metodologia .....   | 75  |
| 3.1 Materiais .....   | 75  |
| 3.2. Métodos.....   | 77  |
| 3.2.1. Preparação das amostras .....  | 77  |
| 3.2.2. Técnicas de medição e testes .....   | 83  |
| 4. Resultados e discussão dos resultados .....                                      | 84  |
| 4.1.Caracterização do pó de titânio.....  | 84  |
| 4.2.Caracterização micro estrutural do revestimento de titânio.....                 | 86  |
| 4.2.1. Micrografias da superfície de revestimento de titânio depositado por PS..... | 86  |
| 4.2.2. Resultado do EDS obtido na superfície de titânio com o revestimento.....     | 99  |
| 4.2.3.Difração de raios X .....   | 103 |
| 4.2.4.Medidas da rugosidade .....   | 106 |
| 4.2.5.Propriedades mecânicas do revestimento .....                                  | 113 |
| 5. Conclusão.....   | 120 |
| 6.Considerações finais .....  | 122 |
| 6.1. Recomendações para trabalhos futuros.....                                      | 122 |
| 7. Referência bibliográfica.....  | 123 |
| ANEXO 1 – Normas técnicas .....   | 139 |

## LISTA DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| <b>Figura 01</b> – Processos de aspersão térmica.....  | 52 |
| <b>Figura 02</b> – Processo chama oxiacetilênica – FS FLAME SPRAY.....   | 56 |
| <b>Figura 03</b> – Processo chama oxiacetilênica.....  | 56 |
| <b>Figura 04</b> - Processo aspersão térmica por arco elétrico - ASP – ARC SPRAY PROCESS.....  | 58 |
| <b>Figura 05</b> – Processo aspersão térmica a chama de alta velocidade – HVOF.....  | 59 |
| <b>Figura 06</b> – Esquemático pistola HVOF.....   | 59 |
| <b>Figura 07</b> – Processo aspersão térmica por plasma spray ( PS – Plasma Spray).....  | 63 |
| <b>Figura 08</b> – Esquemático pistola plasma spray.....   | 64 |
| <b>Figura 09</b> – Representação de geometria de superfície na nanoindentação.....   | 66 |
| <b>Figura 10</b> - Curva carga versus deslocamento para carregamento elasto-plástico seguido por descarga elástica. ....   | 68 |
| <b>Figura 11</b> – Esquemático lei de Bragg-Bretano.....   | 70 |
| <b>Figura12</b> - Rugosidade superficial.....  | 71 |
| <b>Figura 13</b> - Rugosidade média - Ra.....  | 71 |
| <b>Figura 14</b> – Diferentes superfícies com o mesmo Ra.....  | 72 |
| <b>Figura 15</b> - Rugosidade Ry definida pela rugosidade parcial (Z3).....  | 73 |
| <b>Figura 16</b> – Rugosidade Rt . Distância entre o pico mais alto e vale mais fundo.....   | 73 |
| <b>Figura 17</b> – Rugosidade parcial Ze para defnir Rz.....   | 74 |
| <b>Figura 18</b> - Processo plasma spray.....  | 80 |
| <b>Figura 19</b> . Morfologia do pó de titânio utilizado no experimento.....   | 84 |
| <b>Figura 20</b> . EDS obtido no MEV do pó de titânio.....   | 85 |
| <b>Figura 21</b> Micrografias eletrônicas (MEV) do titânio comercialmente puro revestido com titânio comercialmente puro a distância de 500 mm a) aumento 100 x, b) aumento 500 x..... | 87 |
| <b>Figura 22</b> Micrografias eletrônicas do titânio comercialmente puro revestido com titânio comercialmente puro a distância de 500 mm a) aumento 100 x , b) aumento 500 x.....      | 88 |

|   |     |
|---|-----|
| <b>Figura 23</b> Micrografias eletrônicas do titânio revestido com titânio distância variando entre 100 e 500 mm a) aumento 100 x , b) aumento 500 x .....            | 89  |
| <b>Figura 24</b> Micrografias eletrônicas do titânio revestido com titânio distância variando entre 100 e 500 mm a) aumento 100 x , b) aumento 500 x .....            | 90  |
| <b>Figura 25</b> Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância de 500 mma) aumento 100 x , b) aumento 500 x.....                                    | 90  |
| <b>Figura 26</b> Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância de 500 mm com pré aquecimento de 150° C a) aumento 100 x , b) aumento 500 x.....     | 91  |
| <b>Figura 27</b> Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância variando entre 100 e 500 mm a) aumento 100 x , b) aumento 500 x.....                 | 92  |
| <b>Figura 28</b> Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância variando entre 100 e 500 mm a) aumento 100 x , b) aumento 500 x.....                 | 92  |
| <b>Figura 29</b> Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância d 500 mm sem pré aquecimento a) aumento de 200 x b) aumento de 500 x . ....          | 93  |
| <b>Figura 30</b> Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância de 500 mm com pré aquecimento de 200 °C a) aumento de 200 x b) aumento de 500 x..... | 94  |
| <b>Figura 31</b> Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância de 500 mm com pré aquecimento de 250 °C aumento de 1000 x . ....                     | 94  |
| <b>Figura 32 – EDS – PS1</b> (gráfico).....   | 96  |
| <b>Figura 33 EDS – PS2</b> (Gráfico).....   | 97  |
| <b>Figura 34.</b> Corte transversal do revestimento de titânio depositado por aspersão térmica a plasma spray (100X). Condição <b>PS1</b> ( ver tabela IX).....       | 98  |
| <b>Figura 35.</b> Corte transversal do revestimento de titânio depositado por aspersão térmica a plasma spray (200X).Condição <b>PS4</b> ( ver tabela IX) .....       | 98  |
| <b>Figura 36</b> Corte transversal do revestimento de titânio depositado por aspersão térmica a plasma spray (400X). Condição <b>PS1</b> ( ver tabela IX).....        | 99  |
| <b>Figura 37.</b> Corte transversal do revestimento de titânio depositado por aspersão térmica a plasma spray (500X).Condição <b>PS7</b> ( ver tabela IX) .....       | 99  |
| <b>Figura 38 - EDS de Ti cp revestido sem pré-aquecimento e com distância fixa de 500 mm.....</b>   | 100 |
| <b>Figura 39 – EDS de Ti cp revestido com Ti cp sem pré-aquecimento e com distância variando entre 100 e 500 mm.....</b>  | 101 |

|   |     |
|---|-----|
| <b>Figura 40</b> - EDS de Ti cp revestido com Ti cp com pré-aquecimento e com distância fixa de 500 mm.....   | 102 |
| <b>Figura 41</b> - EDS de Ti cp revestido com Ti cp com pré-aquecimento e com distância variando entre 100 e 500 mm.....  | 103 |
| <b>Figura 42</b> - Fases presentes no Ti cp revestido com Ti cp sem pré aquecimento .....   | 104 |
| <b>Figura 43</b> - Fases presentes no Ti cp revestido com Ti cp com pré aquecimento .....   | 104 |
| <b>Figura 44</b> - Fases presentes no Ti cp revestido com Ti cp sem pré aquecimento e com jateamento posterior .....  | 105 |
| <b>Figura 45</b> - Fases presentes no Ti cp revestido com Ti cp com pré aquecimento e jateamento posterior.....   | 105 |
| <b>Figura 46</b> - Análise da influência das variáveis do processo aspersão térmica na rugosidade .   | 111 |
| <b>Figura 47</b> - Valores de dureza em função da profundidade de contato para amostras de Ti cp revestidas com Ti cp e distância variando entre 100 e 500 mm.....                                      | 113 |
| <b>Figura 48</b> - Valores de dureza em função da profundidade de contato para amostras de Ti cp revestidas com Ti cp, posteriormente jateada e distância variando entre 100 e 500 mm .....             | 114 |
| <b>Figura 49</b> - Análise da influência das variáveis do processo aspersão térmica na dureza.....  | 115 |
| <b>Figura 50</b> - Valores do módulo elástico em função da profundidade de contato para amostras de Ti cp revestidas com Ti cp posteriormente jateadas e com distância variando entre 100 e 500 mm..... | 116 |
| <b>Figura 51</b> - Valores do módulo elástico em função da profundidade de contato para amostras de Ti cp revestidas com Ti cp e com distância variando entre 100 e 500 mm.....                         | 117 |
| <b>Figura 52</b> - Análise da influência das variáveis do processo aspersão térmica no módulo de elasticidade.....  | 118 |



## LISTA DE TABELAS

|  |      |
|--|------|
| <b>TABELA I</b> Limites de teor de contaminantes permitidos x grau de classificação.....   | 40   |
| <b>TABELA II</b> – Propriedades mecânicas Ti Grau IV, Ti6Al4V e osso cortical.....         | 41   |
| <b>TABELA III</b> – Propriedades mecânicas Ti – Cp.....                                    | 42   |
| <b>TABELA IV</b> - Visão geral das modificações em implantes de titânio e suas ligas ..... | 5050 |
| <b>TABELA IV</b> - Condição do experimento.....  | 76   |
| <b>TABELA V</b> – Parâmetros do procedimento de deposição.....                             | 78   |
| <b>TABELA VI.</b> Arranjos ortogonais padrão.....  | 81   |
| <b>TABELA VII</b> – Matriz das condições experimentais .....                               | 82   |
| <b>TABELA VIII</b> - Constituintes presentes nos pós de titânio.....                       | 85   |
| <b>TABELA IX</b> – EDS – PS1 ( quantitativo) .....   | 96   |
| <b>TABELA X</b> – EDS – PS2 ( quantitativo) .....  | 97   |
| <b>TABELA XI</b> - Resultados da medida Ra da rugosidade .....                             | 107  |
| <b>TABELA XII</b> - Resultados da media Ry da rugosidade .....                             | 109  |
| <b>TABELA XIII</b> - Resultados da medida Rz da rugosidade.....                            | 110  |

## NOMENCLATURA

**Al** – elemento químico alumínio

**ASP** - processo aspersão térmica Arco Elétrico ( **Arc Spray Process**)

**AT** - aspersão térmica

**C** – elemento químico carbono

**Cd** - elemento químico

**Cl** - elemento químico cloro

**Co** - elemento químico cobalto

**Cr** - elemento químico cromo

**Cu** – elemento químico cobre

**EDS** – espectroscopia por energia dispersiva

**Fe** - elemento químico ferro

**FS** - processo aspersão térmica chama oxiacetilênica ( **Flame Spray**)

**HVOF** – processo aspersão térmica chama alta velocidade ( **Hight Velocity Oxy Fuel**)

**MET** - microscopia eletrônica de transmissão

**MEV** - microscopia eletrônica de varredura

**Nb** - elemento químico nióbio

**Ni** - elemento químico níquel

**O** – oxigênio

**Pd** - elemento químico paládio

**PS** – processo aspersão térmica plasma spray (**Plasma Spray**)

**Pt** - elemento químico platina

**Sn** - elemento químico estanho

**Ta** – elemento químico tântalo

**Ti** – elemento químico titânio

**Ti cp** - titânio comercialmente puro

**V** - elemento químico vanádio

**Zr** – elemento químico zircônia

**Zn** – elemento químico zinco

**W** – elemento químico tungstênio

## RESUMO

Com a introdução, nos anos 70, do conceito de osteointegração por *Per- Ingvar Branemark*, as pesquisas passaram a se concentrar em materiais e projetos que diminuam o tempo necessário para a aposição óssea. Muitos esforços têm sido concentrados no aprimoramento da osteointegração. Nesse sentido, os implantes com superfícies porosas especialmente preparadas têm sido utilizados para promover o crescimento ósseo em direção aos poros do implante. Técnicas de recobrimento com materiais bioativos tem sido amplamente estudadas, dentre elas a técnica de recobrimento pelo processo aspersão térmica a plasma , porém sem divulgação dos parâmetros de deposição.

Neste trabalho é feito um estudo do processo e procedimento de deposição do titânio pelo processo aspersão térmica a plasma, visando estabelecer parâmetros do processo de deposição bem como a sua influência na qualidade do revestimento.

O estudo foi efetuado utilizando discos de titânio grau I como substrato e a deposição efetuada com pó de titânio grau I . O experimento foi realizado em dois níveis, sendo o nível I com os dados informados pelo manual do equipamento e o nível II com dados testados experimentalmente. Para a análise foram utilizadas micrografias efetuadas no microscópio eletrônico de varredura e EDS para verificação das fases presentes, além disso ainda foram efetuadas medidas de rugosidade e dureza do material revestido.

Como resultado verifica-se que em todas as condições de deposição obtém-se uma superfície rugosa, com poros interconectados bastante propícia para a osteointegração. Verificou-se também que as superfícies jateadas apresentaram maior rugosidade superficial.

## **ABSTRACT**

With the introduction in 70 years, the concept of osseointegration by Per-Ingvar Branemark, research began to focus on materials and designs that reduce the time required for bone apposition. Many efforts have been focused on the improvement of osseointegration. Accordingly, implants with specially prepared porous surfaces have been used to promote bone growth toward the pores of the implant. Techniques coated with bioactive materials have been widely studied, among them the technique of spray coating process by thermal plasma spray, but without disclosure of the deposition parameters.

This paper presents a study of process and procedure for the deposition of titanium by the thermal spray process plasma spray, to establish parameters of the deposition process and its influence on the quality of the coating.

The study was conducted using discs of titanium grade I as substrate and the deposition of powder made of titanium grade I. The experiment was conducted in two levels, the level I with the data entered by the manual of the equipment and level II data tested experimentally. For the analysis used micrographs were made in a scanning electron microscope and EDS to verify the phases, what is more measures were taken roughness and hardness of the coated material

As a result it appears that in all the conditions of deposition obtained by a rough surface with interconnected pores well suited for osseointegration. It was also blasted surfaces had higher surface roughness .

## **1. Introdução**

### **1.1. Motivação para o trabalho**

A perda de um órgão ou de uma parte do corpo humano, gera, além da perda da função, transtornos sociais e psicológicos. Em decorrência do aumento da expectativa de vida e ao elevado número de acidentes com perda de membros faz-se necessário o desenvolvimento de novos materiais e técnicas que garantam novas opções aos pacientes mutilados.

Inicialmente utilizavam-se materiais inertes como os aços inoxidáveis e a alumina. Nos anos 70, Per-Ingvar Brånemark introduziu o conceito de osteointegração como sendo a ligação direta, estrutural e funcional entre osso ordenado e vivo e a superfície de um implante sujeito a cargas funcionais <sup>(1)</sup>. Com a introdução desse conceito, as pesquisas passaram a se concentrar em materiais e projetos, visando acelerar a osteointegração, ou seja, diminuir o tempo necessário para a aposição óssea.

Recentemente, a otimização das propriedades de superfície como grau de pureza, acabamento superficial, rugosidade e molhabilidade têm sido explorados. Alterações na camada de óxido de metais como o titânio também tem sido bastante investigado através da utilização de processos químicos e eletroquímicos de deposição. Também tem sido utilizada a deposição por aspersão térmica a plasma sendo que sem divulgação das condições de processamento e da influência dos parâmetros de deposição sobre a qualidade da superfície de titânio depositada.

Este trabalho visa efetuar um estudo do processo de aspersão térmica a plasma para deposição de titânio sobre substrato de titânio, almejando obter uma superfície

adequada para implantes, relacionando os diferentes parâmetros de aspersão térmica a plasma .

## **1.2. Objetivos do trabalho**

- ▣ Determinar padrão de rugosidade ótima do substrato quando depositado por aspersão térmica do titânio.
- ▣ Estabelecer os parâmetros de revestimento por aspersão térmica de titânio sobre substrato de titânio.
- ▣ Efetuar comparação dos parâmetros de aspersão térmica a fim de conhecer a influência dos mesmos na qualidade do revestimento de titânio depositado por aspersão térmica a plasma.



## 2. Revisão da literatura

### 2.1. Osteointegração

Achados arqueológicos demonstram que os Egípcios, Gregos, Etruscos, Romanos, Chineses, Indianos e Árabes usavam procedimentos de transplantes dentais e Índios da América do Sul e Central, por exemplo, os Maias, implantavam pedras em áreas desdentadas, por motivos religiosos ou decorativos.

Em **1807** - Maggiolo idealizou uma raiz metálica de ouro que servia de sustentação para uma prótese. <sup>(51)</sup>

Em **1890** surgiram cilindros de platina com uma parte externa onde se apoiava a prótese. <sup>(52)</sup>

Em **1947** - Dr. Formiggini, italiano, desenvolveu um parafuso espiralado que mais ou menos em **1960** foi aperfeiçoado por Cherchéve, dentista francês. Esse parafuso era de vitalium (liga de cromo cobalto), que era inserido no osso. Outros pesquisadores aperfeiçoaram ainda mais esse implante como Muratori e Linkow em **1967** e Garbaccio em **1981**. <sup>(52,53)</sup>

Porém, tais implantes se caracterizavam pelo empirismo principalmente na escolha do material dos mesmos. Eram feitos de vitalium, aço inox, tântalo e outros materiais.

Finalmente em 1987 **BRANEMARK** divulga seus estudos e achados, lançando a *ERA MODERNA DA IMPLANTODONTIA*, agora embasada em pesquisas científicas,

posteriormente aprovadas pela FDA Americana. Idealizou Implante tipo parafuso e descobriu após estudos com cobaias, que o titânio era o material ideal para os mesmos, por causa da camada de óxido que o envolve, a qual permite trocas iônicas com o organismo, havendo assim íntimo contato do osso com a superfície do implante. A esse achado **BRANEMARK** chamou de OSTEOINTEGRAÇÃO.

O termo *osteointegração* foi definido pelo Professor Per-Ingvar Branemark como sendo *a ligação direta, estrutural e funcional entre osso ordenado e vivo e a superfície de um implante sujeita a cargas funcionais*.<sup>(1)</sup>

O efeito da osteointegração foi observado durante estudos que o professor Branemark realizava em osso medular em fíbula de coelhos.

Atualmente o termo *osteointegração* está definido como sendo uma ligação química e físico química entre o osso e o implante<sup>(2)</sup>.

A topografia e a rugosidade são de extrema importância para a osteointegração. Vários estudos no sentido de determinar a rugosidade ótima para reduzir o período de início da osteointegração têm sido desenvolvidos.

Estudo neste sentido tem demonstrado aumento da atividade celular e contato osso-implante com o aumento da rugosidade da superfície do implante<sup>(3)</sup>.

Superfície de titânio com a rugosidade e microestrutura complexa aumenta a osteointegração no contato osso-implante, eleva a força de torque de remoção *in vivo* e a diferenciação *in vitro* dos osteoblastos.<sup>(4)</sup>

O formato, a textura rugosa, a composição e a energia livre da superfície do implante são fatores importantes quando este interage com o tecido vivo circunvizinho. A energia livre de superfície bem como a capacidade hidrofílica da superfície do implante pode ser especialmente decisiva durante a adesão de proteínas e quimiotaxia das células.<sup>(5)</sup>

Superfícies de implantes tratadas com plasma de titânio, jateadas com areia e tratadas com ácidos tem demonstrado que tanto a rugosidade, como tratamento químico das superfícies pode influenciar a força superficial de cisalhamento.<sup>(6)</sup>

Estudos já efetuados demonstraram que para a remoção de implantes cuja rugosidade é de  $Ra = 0,32 \pm 0,03 \mu m$  é necessários à aplicação de uma força média de valor igual a 62,08N.cm e que para a remoção de um implante com rugosidade de  $Ra = 0,51 \mu m$  a força de remoção aumenta para 76,45 N.cm<sup>(7)</sup>.

Observações efetuadas em implantes tratados por plasma de titânio e jateadas com sílica demonstram que a porosidade não é condição para que haja deposição óssea, porém, apresenta um importante papel no percentual e velocidade de aposição óssea na superfície do implante. O resultado destas observações mostra que a rugosidade atua nas forças de cisalhamento.<sup>(8)</sup>

A rugosidade superficial dos implantes depende do seu grau de acabamento obtido durante o processo de fabricação. Em função da velocidade de usinagem, tipo de ferramenta, estado termomecânico do material a ser usinado, tratamentos térmicos e mecânicos realizados após a usinagem, pode-se obter diferentes ordens de grandeza de rugosidade superficial dos implantes.

**DELIGIANNI** et al. <sup>(80)</sup> avaliaram o efeito da rugosidade superficial da liga de titânio sobre as células de medula óssea humana e sobre a adsorção de proteínas *in vitro*. A adesão e proliferação celulares foram maiores com o aumento da rugosidade.

Do ponto de vista fisiológico, a superfície rugosa em relação à superfície lisa oferece vantagem, uma vez que melhora a proliferação do osso. Estudos experimentais em animais têm demonstrado que a cicatrização dos tecidos conjuntivos ao osso, não depende apenas do biomaterial, mas também da estabilidade biomecânica durante a fase de cicatrização. Por sua vez a estabilidade biomecânica se relaciona com a espessura do osso, desenho, micromorfologia superficial e qualidade do leito do implante. <sup>(9)</sup>

### **2.1.1. Natureza da ligação osso x implante**

Na região que fica em contato com a medula óssea, a resolução do coágulo sanguíneo e a infiltração de glóbulos brancos será seguida pela invasão do sítio cirúrgico, através de uma rede tridimensional de fibrina e colágeno do tipo III, de células endoósseas de fenótipo osteogênico e células mesenquimais, o que será concomitante com a nova vascularização.

As células interagem com o meio através de proteínas de adesão específicas. As células mesenquimais tendem a usar fibronectina para ancorá-las ao colágeno de sua matriz extracelular. A fibronectina é sintetizada pelas células de origem mesenquimal e está presente no soro do local do trauma cirúrgico. A energia de superfície do material pode influenciar o tipo de proteína que será aderida ao material, mas o potencial para a proteína sofrer um rearranjo estrutural também é uma variável importante.

A arquitetura cortical vascular será destruída pelo trauma cirúrgico independentemente da geometria do implante. No córtex, ocorrerá a princípio a necrose do tecido ósseo. Somente através do remodelamento ósseo ocorrerá posteriormente uma substituição do osso pré-implante com a possibilidade de formação e novo tecido ósseo na superfície do implante.

Existem duas possíveis formas pelas quais as células ósseas migram para a superfície do implante: no primeiro, elas vêm diretamente da trabécula vizinha; no segundo, as células migram através da matriz tridimensional. O primeiro método é o menos provável, já que a trabécula vai estar danificada pelo trauma cirúrgico e a superfície estará coberta com proteínas adsorvidas. No segundo método, migração através da rede tridimensional é preciso que a superfície do implante ancore a rede tridimensional. A ancoragem é necessária para suportar as contrações de tecido que ocorrem quando do remodelamento. Em implantes metálicos, a ancoragem é mecânica, ao passo que se acredita que ocorra ligação química em implantes recobertos com materiais bioativos, que são ávidos na adsorção de proteínas. O conceito de ligação química não está ainda estabelecido porque é difícil isolar-se o efeito da rugosidade do efeito da composição química das camadas de fosfatos de cálcio.

Acredita-se que a densidade óssea tem um fator preponderante sobre a dissolução da hidroxiapatita. Um dos principais fatores para o sucesso de uma cirurgia de implante é a integridade interface osso – implante. Isso significa boa ligação e transferência de tensões adequada na interface. Vários elementos contribuem para a integridade da interface, como nível e distribuição de tensões, reações teciduais, remodelamento, trauma e cirurgia e movimento relativo entre osso e implante.

Dentre os elementos responsáveis pela obtenção de resultados satisfatórios em uma cirurgia de implante, pode-se citar:

- Seleção do material do implante;
- Propriedades mecânicas do recobrimento,
- Mecanismo de ligação do tecido ao implante,
- Estado superficial do material e / ou recobrimento,
- Adesão do recobrimento ao implante,
- Tamanho, forma e distribuição da porosidade superficial,
- Viabilidade e propriedade mecânica do tecido circunvizinho,
- Estabilidade inicial e estímulo ao tecido que está se formando,
- Propriedades elásticas do substrato e do tecido,
- Tipo de carregamento,
- Geometria do implante
- Resposta biológica do material.

A resposta biológica está associada com a posição na tabela periódica e com o peso atômico. Os elementos do grupo II mostram acentuada citotoxicidade, ao passo que os elementos dos grupos IV e VI não mostram toxicidade nem irritação. Os metais de baixo peso atômico dentro de um grupo possuem alta citotoxicidade, irritabilidade e potencial carcinogênico, ao passo que os metais de mais alto peso atômico dentro do mesmo grupo são inertes.<sup>(107)</sup>

Para exercer um efeito negativo sobre as células, o metal deve estar ionizado. Os metais que se ionizam facilmente, como o titânio, são tolerados porque ocorre a formação de um filme estável de óxido. Os metais preciosos não são adequados para utilização como biomateriais porque geralmente são muito dúcteis e os metais preciosos duros contêm metais tóxicos como cobre, cádmio e zinco.

Quanto mais a estrutura molecular de um material se assemelhar ao tecido hospedeiro, mais facilmente ele será dissolvido pelo organismo. Os materiais com estruturas moleculares semelhantes a proteínas ou polissacarídeos são facilmente reabsorvíveis.

A avaliação do contato de células com filmes metálicos em microscópio eletrônico de transmissão revelou que o contato com filmes de titânio se deu de forma direta, ao contrário do que foi observado com outros metais como o ouro, platina e paládio, onde se observou a evidência de um espaço entre o citoplasma das células e o metal. Isto pode ser explicado pelo fato de que o óxido de titânio adsorve moléculas de água.

Segundo **KAWAHARA** <sup>(69)</sup> o óxido de titânio está em equilíbrio dinâmico com o tecido ósseo e a ligação desse metal com o tecido é do tipo bioreativa, e não bioativa. Logo, a interface titânio-osso produz uma ligação química, situando o titânio entre os materiais bioinertes e os bioativos. Essa bioreatividade faz com que, em contato com soro sanguíneo, o óxido de titânio sofra uma série de reações. Uma oxidação adicional ocorre, envolvendo a difusão de átomos do metal para a interface óxido/biolíquido.

O óxido de titânio é altamente polar, o que causa a adsorção de moléculas de água e de moléculas solúveis em água. A adsorção dessas moléculas causa a criação de um campo elétrico formado por uma diferença de potencial ao longo da espessura do óxido. Esse campo elétrico encoraja a oxidação do titânio e à medida que a espessura da camada de óxido aumenta, a diferença de potencial diminui, diminuindo também a força motriz para a sua dissolução. Ocorre ainda adsorção e desorção de moléculas, sendo que o grau de desorção é dependente da geometria, rugosidade, e do tipo de molécula envolvida.

Quando inserido no corpo humano, acredita-se que a interação interfacial do titânio com os fluídos corporais ocorre em três passos: <sup>(69)</sup>.

**Passo 1:** imediatamente após a inserção, é formado um coágulo do implante e os tecidos epiteliais e conectivos são ligados à camada hidratada do implante através da camada sanduíche. Essa camada deve estabelecer uma forte ligação entre a superfície do implante e o tecido neoformado.

**Passo 2:** aproximadamente 1 mês após a inserção do implante em osso alveolar, o coágulo é reorganizado e os osteoblastos entram em contato direto com a superfície via extensões citoplasmáticas.

**Passo 3:** aproximadamente 3 meses depois, há maior contato direto do tecido ósseo com o implante e as fibras colágenas se ligam intimamente à superfície do implante. Estudos recentes apontam um contato íntimo do tecido ósseo com a superfície de titânio através de uma camada nanométrica que consiste de titânio, cálcio e fósforo e macromoléculas.



### 2.1.2. Força de ligação osso x implante

A ligação química entre o implante e as moléculas do organismo ocorre por meio de forças fracas de van der Waals, pontes de hidrogênio e ligação química local. As primeiras apresentam energia de ligação inferior a 10 kcal/mol e predominam a distância da ordem de 1  $\mu$ m, como por exemplo, a polarização molecular e os dipolos elétricos. As pontes de hidrogênio possuem energia de 1-10 kcal/mol. As forças fortes de ligação, do tipo covalente e iônica, com energia de ligação de 10-100 kcal/mol, dependem das características micro estruturais da superfície, em escala atômica. Estas ligações ocorrem em defeitos como cátions e ânions e em átomos de impureza. A composição química do óxido, contorno de grão e o teor de impurezas exercem grande influência na ocorrência das ligações fortes. Para aumentar a capacidade de união do osso com o implante de titânio tem-se utilizado a deposição de uma camada de material cerâmico na superfície do implante, destacando-se o uso de hidroxiapatita (HA). O hidroxiapatita reage com o óxido de titânio e forma titanato de cálcio. Segundo **KASTEN** <sup>(70)</sup> as células epiteliais da gengiva humana aderem com maior facilidade na hidroxiapatita do que na superfície do titânio, ligas de titânio e plasma spray de titânio. Em seu trabalho, Kasten observou que a rugosidade superficial do implante influencia na aderência.

## 2.2. Biomateriais

O termo biomateriais é definido como sendo: *“Qualquer substância (outra que não droga) ou combinação de substâncias, sintética ou natural em origem, que possa ser usada por um período de tempo, completa ou parcialmente como parte de um*

*sistema que trate, aumente ou substitua qualquer tecido, órgão ou função do corpo”.*

(54)

Os biomateriais devem ser isentos de produzir qualquer resposta biológica adversa local ou sistêmica, devem ser não tóxico, não carcinogênico, não antigênico, não mutagênico e não trombogênico. <sup>(10,55)</sup>

O termo **biomaterial** engloba uma grande quantidade de diferentes produtos os quais são, por definição, planejados para uso em contato com um organismo vivo.

Recentemente, os biomateriais foram desenvolvidos para numerosas aplicações na medicina, farmacologia, cirurgia, entre outras. O aspecto comum exigido para tais aplicações é certo grau de tolerância desses materiais quanto ao contato com tecidos, órgãos, e muitos outros. Como uma consequência disso, os biomateriais tem que ter ajustes muito críticos para cada necessidade, diferenciando-se largamente para cada aplicação em particular. <sup>(10)</sup>

O critério de seleção de biomateriais é baseado principalmente na aplicação a que se destinam. Por exemplo, para dispositivos que fiquem em contato com o sangue, esses materiais são:

- componentes de dispositivos extra corpóreos que removem e retornam sangue do corpo;
- dispositivos que são inseridos em um vaso sanguíneo;
- dispositivos que ficam permanentemente implantados.

Para dispositivos de aplicações em tecidos moles, os materiais se propõe a aumentar ou redefinir o tecido (ex.: implantes de seios e implantes faciais). Em aplicações ortopédicas e odontológicas, os materiais são componentes de implantes estruturais (ex.: próteses de articulações e implantes de raiz de dentes) ou são usados para reparar defeitos ósseos (ex.: parafusos e pinos inseridos em osso).

Quanto ao tipo de material, os biomateriais podem ser: polímeros sintéticos, metais, cerâmicos, macromoléculas naturais.

A seleção do material a ser utilizado deve levar em consideração as propriedades físicas, químicas e mecânicas do material. As principais propriedades que devem ser levadas em conta são: <sup>(10)</sup>

- Resistência: aplicações que requerem alta resistência incluem enxertos de veia aorta, válvulas cardíacas, balões de angioplastia e implantes odontológicos e ortopédicos. Alguns desses dispositivos requerem propriedades bastante específicas;
- Módulo (elasticidade, torsão ou flexão): o módulo de torsão e de flexão é de interesse para materiais como catéteres, que podem sofrer torque e fazer percursos tortuosos dentro dos vasos. Muitos elastômeros devem ter capacidade de se alongar com baixa carga, logo, devem ter baixo módulo de torsão, flexão ou elasticidade.
- Fadiga: os dispositivos que devem suportar esforços cíclicos sem permitir propagação de trinca são em sua maioria feitos de poliuretano, poliéster e metais em geral. Esses dispositivos funcionam em sua maioria como implantes ortopédicos, odontológicos e cardiovasculares.

- Rugosidade: em aplicações onde é desejado baixo atrito, como em implantes de juntas ortopédicas, utilizam-se materiais com acabamentos espelhados. Quando se deseja uma integração tecido-implante, como em implantes endoósseos, é desejada uma alta rugosidade.
- Taxa de permeação: dispositivos como lentes de contato requerem uma alta taxa de permeação de gases. Geralmente a permeação decresce com a cristalinidade do material. Os hidrogéis são permeáveis à água e são muito utilizados como liberadores de drogas.
- Absorção de água: alguns materiais sofrem mudanças dramáticas em sua resistência à tração, à fadiga, à fluência, em seu módulo de elasticidade, torsão ou flexão quando ligeiramente umedecidos. A degradação também é afetada pela absorção de água: materiais hidrofílicos tendem a se degradar do interior para a superfície enquanto materiais hidrofóbicos tendem a ter primeiramente suas superfícies degradadas.
- Bioestabilidade: dispositivos como fios de sutura e liberadores de drogas devem ter sua degradação controlada, enquanto implantes permanentes devem ser estáveis.
- Bioatividade: a bioatividade se refere à propriedade inerente a alguns materiais de participarem em reações biológicas específicas. Camadas bioativas podem ser formadas a partir de moléculas que previnem coágulo sangüíneo ou iniciam a degradação enzimática de um trombo. Algumas superfícies negativamente carregadas iniciam a degradação de componentes complementares com o potencial para menores efeitos colaterais para tratamentos como diálise. A hidroxiapatita é muito utilizada

como recobrimento para implantes endoósseos. Essa camada constitui uma superfície bioativa para o ancoramento de osso neoformado.

- Esterilização: o método de esterilização utilizado pode alterar o estado energético da superfície de um implante, alterando a resposta celular. Os polímeros podem ter suas propriedades negativamente alteradas quando esterilizados por irradiação com raios gama.

De maneira genérica, os materiais podem ser classificados em: tóxicos e não tóxicos. Os biomateriais podem ser classificados em: bioinertes, bioreativos e bioativos, bioartificiais (combinação de materiais sintéticos e células vivas).<sup>(56)</sup>

Os materiais bioinertes são menos suscetíveis a causar uma reação biológica adversa devido a sua estabilidade química em comparação com outros materiais. Entre os biomateriais inertes empregados atualmente podem ser citados as cerâmicas de alumina de alta densidade, o polietileno de ultra alto peso molecular e as ligas metálicas inoxidáveis como: cromo, vanádio, titânio e suas ligas.<sup>(57)</sup>

A alumina e a zircônia são mais utilizadas em superfícies de juntas artificiais sujeitas à fricção por causa da sua boa resistência ao desgaste.<sup>(10)</sup>

As cerâmicas são quimicamente muito estáveis sendo pouco provável de apresentar resposta biológica adversa. As cerâmicas mais utilizadas são: cerâmicas à base de carbono, alumina e zircônia.<sup>(10)</sup>

As aluminas policristalinas de alta densidade e alta pureza são utilizadas em cabeça de fêmur e componentes acetabulares. Além da estabilidade química e inércia biológica, uma importante característica é a resistência à fricção e ao desgaste.

A maior limitação da alumina é que ela possui baixa tenacidade, baixa resistência à tração e à flexão.

Deve-se considerar também a limitação dimensional com relação ao raio ótimo. Enquanto os raios de curvatura grande criam superfície de contato grande, o que aumenta a pressão de contato; raios pequenos não permitem o escape de partículas de alumina.

A zircônia é uma alternativa ao uso da alumina por possuir maior tenacidade à fratura .

Apresenta estrutura monocíclica à temperatura ambiente sofrendo transformação isotrópica para estrutura tetragonal.

As melhores propriedades mecânicas com relação à alumina permitem uma maior liberdade dimensional na confecção dos implantes.

Os principais metais utilizados como biomateriais são divididos em três classes: ligas ferrosas (aços inoxidáveis), ligas à base de cobalto e ligas à base de titânio. Os metais classificados como bioreativos ficam no limite entre os materiais bioinertes e os bioativos. Esses metais adquirem bioatividade após um tratamento de ativação de superfície do seu óxido, é o caso do titânio, nióbio e o tântalo. <sup>(58)</sup>

Atualmente, um dos materiais mais utilizado para a fabricação de próteses metálicas no Brasil é o aço AISI 316L, pois apresenta bom desempenho mecânico e um custo relativamente menor se comparado com os outros biomateriais destinados ao mesmo fim. O AISI 316L é um aço inoxidável austenítico, não magnético, dúctil, e normalmente apresenta um percentual residual de enxofre em sua composição química. O AISI 316L tem a mesma composição dos 316, porém ele apresenta um teor extra baixo de carbono, no máximo 0,03% em peso de C. Isso contribuiu para uma melhor resistência à corrosão <sup>(59)</sup>.

As principais limitações da utilização de implantes em aço inox são a corrosão e troca iônica que podem causar efeitos locais como: irritação, inflamação nas áreas adjacentes à interface implante-tecido; ou até mesmo efeitos sistêmicos, efeito tóxico sobre o organismo.

### **2.3.Titânio e ligas à base de titânio**

O titânio possui uma combinação de alta resistência mecânica, alta resistência à corrosão eletroquímica e resposta biológica favorável, que fazem com que ele seja o metal mais utilizado como biomaterial. Dentre as ligas de titânio, a liga Ti 6Al 4V é a mais utilizada em várias aplicações, incluindo aplicações biomédicas. <sup>(11)</sup>

O titânio é um metal especial dentre os metais leves devido a sua elevada relação resistência x peso.

Uma contribuição para a biocompatibilidade do titânio é a grande resistência à corrosão que é conferida por seu óxido, que forma uma película contínua e aderente.

Uma outra contribuição é a sua alta constante dielétrica quando comparada com a de outros óxidos. Estudos experimentais atribuem a alta constância dielétrica do óxido de titânio à biocompatibilidade do titânio, já que as interações entre os óxidos e as biomoléculas são elétricas e o óxido de titânio é catalítico para um número de reações orgânicas e inorgânicas.<sup>(12)</sup>

Observações experimentais da interface tecido ósseo-titânio mostra um contato íntimo osso-implante.

O titânio comercialmente puro não é tão resistente à fadiga quanto certos aços e ligas de titânio. O titânio tem um módulo de elasticidade intermediário entre o dos aços e o do osso. Sua resistência ao impacto é comparável aos aços baixo carbono temperado e revenidos.

O titânio é um elemento metálico muito conhecido por sua excelente resistência à corrosão (quase tão resistente quanto a platina) e por sua grande resistência mecânica. Possui baixa condutividade térmica e alta condutividade elétrica. É um metal leve, resistente e de fácil fabricação com baixa densidade (40% da densidade do aço). Quando puro é bem dúctil e fácil de trabalhar. O ponto de fusão relativamente alto faz com que seja útil como um metal refratário. Ele é tão resistente quanto o aço, mas 45% mais leve. É 60% mais pesado que o alumínio, porém duas vezes mais resistente. Tais características fazem com que o titânio seja muito resistente contra os tipos usuais de



fadiga. Esse metal forma uma camada passiva de óxido quando exposto ao ar, mas quando está em um ambiente livre de oxigênio ele é dúctil. <sup>(13)</sup>

A primeira aplicação industrial do titânio foi no início dos anos 50, na indústria aeroespacial. Para esta aplicação, a alta resistência mecânica e baixa densidade (55% da densidade do aço) foi fator atraente. Embora a indústria aeronáutica ainda continue a utilizar titânio e suas ligas, a excelente resistência à corrosão em diversos meios incluindo os meios oxidantes ricos em cloretos tem levado à aplicação em outras áreas como na medicina e odontologia, em próteses e implantes endoósseos osteointegrados. <sup>(14)</sup>

Para aplicações ortopédicas o titânio e suas ligas são fortemente recomendados. Estudos afirmam que a verdadeira equiparação mecânica entre o osso e o implante está na razão entre o limite de escoamento e o módulo de elasticidade. Este valor para o osso cortical é de 0,67% sendo somente equiparado pelas ligas de titânio. Outro fator importante é a resistência à fratura e ductilidade em níveis mais elevados que outros metais tradicionais. <sup>(15)</sup>

A utilização do titânio e suas ligas para a fabricação de próteses e implantes em odontologia vem crescendo devido a excelente biocompatibilidade e alta resistência à corrosão.

O titânio é um material bastante reativo, e, em contato com o oxigênio forma óxido de titânio. Uma contribuição para a biocompatibilidade do titânio é a sua grande resistência à corrosão, conferida por seu óxido, que forma uma película contínua e aderente. <sup>(10)</sup>

Uma liga de titânio muito utilizada na fabricação de implantes é a Ti 6Al 4V, porém esta liga apresenta algumas desvantagens. A introdução de dispositivos confeccionados com esta liga, em meios fisiológicos pode desestabilizar o filme óxido, liberando detritos metálicos. O vanádio é um elemento de alta citotoxicidade que pode a longo prazo desencadear distúrbios enzimáticos. O acúmulo de alumínio no organismo pode causar distúrbios neurológicos como: distúrbios da fala, memória e mal de Alzheimer <sup>(16)</sup>.

Devido à toxicidade do vanádio e aos problemas neurológicos que podem ser desencadeados pela presença de alumínio no organismo humano, novas ligas de titânio fase  $\beta$  estão sendo desenvolvidas, dentre elas as ligas Ti-Nb-Ta e Ti-Nb-Ta-Zr <sup>(17)</sup>.

Na procura por biomateriais mais avançados surgiu, na década de 70, a primeira geração de ligas de titânio biocompatíveis; dentre essas, incluem-se as ligas Ti 6Al 17Nb e Ti 5Al 2,5Fe, com propriedades mecânicas similares às da liga Ti 6Al 4V sem o elemento Vanádio. Desta nova geração de ligas, a Ti 6Al 7Nb foi a mais utilizada sendo que a produção e comercialização em escala dessa liga, na forma de produtos semi-acabados, com a designação de IMI-367, foram iniciadas em 1990, pela empresa IMI Titanium Ltda, de Birmingham – Inglaterra <sup>(18)</sup>.

A presença de alumínio nas ligas, passou a ser revisto com mais cuidado, pois, o mesmo está relacionado com a ocorrência de debilidade mental, doença de Alzheimer e com a destruição de tecidos ósseos <sup>(19)</sup>.

Uma segunda geração de materiais tinha como objetivo alcançar um módulo de elasticidade menor, ou seja, que se aproximasse mais do módulo de elasticidade do osso. Surgiram várias ligas, dentre as quais destacamos a liga Ti 13Nb 13Zr na qual todos os elementos que a constituem são biocompatíveis<sup>(20)</sup>.

Na fabricação de implantes ortopédicos, as ligas de titânio tipo  $\beta$  apresentam diversas vantagens sobre as ligas do tipo  $\alpha + \beta$ , incluindo melhor resistência à corrosão e menor módulo de elasticidade, o que é benéfico para os tecidos ósseos próximos ao implante.<sup>(21)</sup>

Estudos buscando verificar a homogeneidade, estrutura e resistência á corrosão de ligas de titânio com concentração de molibdênio entre 6 e 20% foram efetuados, com resultados promissores para aplicação em implantes ortopédicos.<sup>(22)</sup>

Muitos esforços têm sido concentrados no aprimoramento da osteointegração. Nesse sentido, os implantes com superfícies porosas especialmente preparadas têm sido utilizados para promover o crescimento ósseo em direção aos poros do implante. Dessa forma, obtém-se uma aposição óssea mais forte e mais duradoura.

Apesar do caráter inerte, casos de dissolução da camada de óxido têm sido reportados. Como consequência, várias técnicas de recobrimento tem sido desenvolvidas. Técnicas de recobrimento com materiais bioativos como a hidroxiapatita, que é um fosfato de cálcio têm sido exaustivamente estudadas<sup>(23)</sup>. As propriedades físicas do recobrimento como, morfologia, fases presentes, cristalinidade e espessura da camada devem ser avaliadas. Alterações na camada durante o processo de recobrimento podem afetar o desempenho do implante.<sup>(24)</sup>

A condição de pureza química e de limpeza da superfície de camada de óxido de titânio é considerada de suprema importância para o resultado biológico da osteointegração <sup>(25,26)</sup>, entretanto, os efeitos negativos da contaminação da superfície dos implantes têm sido relatados na literatura como resultado de deficiências nos processo de produção ou de esterilização dos mesmos <sup>(27,28)</sup>.

A composição estequiométrica do titânio comercialmente puro é classificada, em 4 graus. O grau I é o mais puro e maleável, o grau IV possui alguns contaminantes em graus aceitáveis sendo mais rígido. <sup>(60)</sup>

Existem diferenças mecânicas entre os diferentes graus de pureza do titânio, devido à contaminantes presentes em quantidades mínimas.

A tabela I apresenta os limites de teor de contaminantes permitidos em cada grau de classificação.

**TABELA I** Limites de teor de contaminantes permitidos x grau de classificação

| <b>ELEMENTO</b> | <b>LIMITES MÁXIMOS DE COMPOSIÇÃO (% FRAÇÃO DE MASSA)</b> |                |                |                |                |
|-----------------|--|----------------|----------------|----------------|----------------|
|                 | Grau I ELI   | Grau I         | Grau II        | Grau III       | Grau IV        |
| Nitrogênio      | 0,012  | 0,03           | 0,03           | 0,05           | 0,05           |
| Carbono         | 0,03   | 0,10 / 0,08 ** | 0,10 / 0,08 ** | 0,10 / 0,08 ** | 0,10 / 0,08 ** |
| Hidrogênio      | 0,0125*  | 0,0125*        | 0,0125*        | 0,0125*        | 0,0125*        |
| Ferro           | 0,10   | 0,20           | 0,20           | 0,30           | 0,50           |
| Oxigênio        | 0,10   | 0,18           | 0,25           | 0,35           | 0,40           |
| Titânio         | BALANÇO  | BALANÇO        | BALANÇO        | BALANÇO        | BALANÇO        |

\* exceto para tarugos, para os quais o teor máximo de hidrogênio deve ser de 0,0100% (fração de massa), e para produtos

---

planos, para os quais o teor máximo de hidrogênio deve ser de 0,015% (fração de massa).

\*\* valores de acordo [ 16 ]

---

O grau I ELI (extra low intersticial) refere-se a liga de Ti 6Al 4V, especialmente utilizado para aplicações cirúrgicas. <sup>(61)</sup>

Na tabela II apresenta-se, respectivamente, as propriedades mecânicas do titânio comercialmente puro, Ti 6Al 4V e osso cortical.

**TABELA II** – Propriedades mecânicas Ti Grau IV, Ti6Al4V e osso cortical.

| MATERIAL         | PROPRIEDADES MECÂNICAS |         |
|------------------|------------------------|---------|
|                  | $\sigma_S$ (Mpa)       | E (Gpa) |
| Titânio Grau IV  | 550                    | 110     |
| Ti6Al4V recozida | 895                    | 124     |
| Osso cortical    | 70                     | 20      |

Existem atualmente muitos estudos na direção de se desenvolver novas ligas, bem como métodos de obtenção das ligas que tornem o processo mais viável economicamente. <sup>(62)</sup>

Em relação aos demais biomateriais empregados na fabricação de próteses ortopédicas e ortodônticas, as ligas de titânio apresentam as seguintes vantagens:

- Maior relação entre resistência e peso;
- Elevada biocompatibilidade e
- Alta resistência à corrosão.

Quanto à fabricação do titânio metálico, existem atualmente seis tipos de processos disponíveis: "Kroll", "Hunter", redução eletrolítica, redução gasosa, redução com plasma e redução metalotérmica. Dentre estes, destaca-se o processo Kroll, que é o responsável, até hoje, pela maioria do titânio metálico produzido no mundo ocidental.<sup>(14)</sup>

Na tabela III, é possível verificar que o titânio grau IV apresenta a maior resistência mecânica, mantendo a ductilidade e conformabilidade em índices relativamente bons. Também apresenta excelente resistência à corrosão por fadiga em soluções salinas; aumentos de teor de ferro acarretam na diminuição da resistência à corrosão.

**TABELA III** – Propriedades mecânicas Ti – Cp <sup>(64)</sup>

| GRAU      | RESISTÊNCIA             | LIMITE DE               | ALONGAMENTO | REDUÇÃO DE    |
|-----------|-------------------------|-------------------------|-------------|---------------|
|           | À TRAÇÃO mín.<br>( MPa) | ESCOAMENTO<br>mín.(MPa) | Min. ( %)   | ÁREA mín. (%) |
| I         | 240                     | 170                     | 24          | 30            |
| II        | 345                     | 275                     | 20          | 30            |
| III       | 450                     | 380                     | 18          | 30            |
| <b>IV</b> | <b>550</b>              | <b>483</b>              | <b>15</b>   | <b>25</b>     |

### 2.3.1. Microestruturas e propriedades do titânio

A adição de elementos de liga alteram os campos de estabilidade das fases e as temperaturas de transformação.

A temperatura ambiente, o titânio apresenta estrutura hexagonal compacta representada como fase  $\alpha$ . Essa estrutura transforma-se em cúbica de corpo centrado representada pela fase  $\beta$  a uma temperatura de 883 °C. Esta temperatura pode ser alterada através da adição de elementos de liga. <sup>(63)</sup>

O alumínio é o principal estabilizante da fase  $\alpha$ , porém outros elementos são considerados  $\alpha$  estabilizantes por elevarem a temperatura de transformação  $\alpha - \beta$ , por exemplo: gálio, germânio, carbono, oxigênio e o nitrogênio. <sup>(68)</sup>

O alumínio promove aumento da resistência à tração, resistência à fluência e módulo de elasticidade. O maior grau de reforço da liga por solução sólida atingido pela adição de alumínio é limitado a valores acima de 6% de alumínio, acima deste valor ocorre o fenômeno de fragilização da liga. Por este motivo, na indústria emprega-se ligas de titânio com teores de alumínio abaixo de 7%. <sup>(68)</sup>.

O estanho tem alto grau de solubilidade nas fases  $\alpha$  e  $\beta$  às vezes é adicionado, juntamente com alumínio para promover grandes aumentos de resistência mecânica por solução sólida, sem, no entanto, fragilizá-lo. O estanho é considerado menos efetivo como alfa estabilizador do que o alumínio, porém quando adicionado promove o retardo nas taxas de transformação.

O carbono é outro elemento alfa estabilizador que aumenta a diferença entre temperatura de transformação alfa transus e beta transus e, ainda, melhora o desempenho do material quanto à resistência mecânica e à fadiga.

Os estabilizantes da fase  $\beta$  são classificados em dois grupos:  $\beta$  isomorfos e  $\beta$  eutetóides. A fase  $\alpha$  isomorfa resulta da decomposição da fase  $\beta$  isomorfo metaestável. O primeiro grupo, isomórfico, consiste em uma fase completamente miscível na fase  $\beta$ , incluindo nessa fase os elementos: vanádio, molibdênio, tântalo e nióbio. No caso do segundo grupo estão incluídos os elementos: silício, manganês, cromo, ferro, cobalto, níquel e cobre formadores eutetóides. <sup>(68)</sup>

O molibdênio é considerado um importante  $\beta$  estabilizador que confere à liga melhor temperabilidade e resistência mecânica em elevadas temperaturas em curto tempo de trabalho, porém, o molibdênio dificulta a soldabilidade da liga.

A zircônia é considerada um fraco estabilizador  $\beta$ , forma solução sólida homogênea com o titânio e aumenta a resistência da liga em baixas e médias temperaturas. Teores acima de 5% a 6% de zircônia pode reduzir a ductilidade e a resistência à fluência.

O nióbio é um  $\beta$  estabilizador que é adicionado à liga para melhorar a resistência à oxidação à elevadas temperaturas.

O ferro é um  $\beta$  estabilizador que tende a reduzir a resistência à fluência.

#### **2.4. Normatização e qualidade das próteses <sup>(71)</sup>**

A comercialização de implantes no país está sujeita à legislação específica, que exige que os produtos sejam submetidos a processo de registro, junto à Agência Nacional



de Vigilância Sanitária – ANVISA. A partir de 2002, o registro destes produtos para os fabricantes nacionais passou a estar condicionado à certificação das empresas para as Boas Práticas de Fabricação (BPF), introduzindo um instrumento sanitário complementar que avaliaria as informações apresentadas no processo de registro, no que tange à qualidade dos produtos.

Ao longo dos últimos anos, diversas instituições (INTO, INT, INMETRO, SAS, ANVISA) , bem como entidades representativas de produtores, usuários e consumidores, iniciaram ações para monitorar a qualidade dos implantes ortopédicos comercializados no país.

A base normativa nacional, no Âmbito da artroplastia, atende, em grande parte as exigências para a maioria dos implantes. Essas normas foram criadas ou internalizadas pelo Comitê Brasileiro Odonto Médico-Hospitalar (CB-26), da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) que funciona desde 1995.

A avaliação da conformidade de próteses fabricadas ou comercializadas no país é uma das metas do INMETRO que contribuiria para aumentar a credibilidade de produtos nacionais, expurgando do mercado os que não seguissem os padrões de qualidade necessários à função que exercem. No anexo 1 a relação de algumas normas publicadas.

## **2.5. Tratamentos superficiais**

As técnicas de tratamento superficial podem influenciar várias etapas do processo de desenvolvimento e estabelecimento da osteointegração, tanto na diferenciação das

células presentes na interface osso implante, como no tipo de osteogênese e na quantidade de matriz óssea calcificada depositada na superfície do implante. <sup>(38)</sup>

Os métodos de modificação de superfícies de implantes são classificados em: mecânicos, químicos e físicos conforme o mecanismo de formação da camada formada na superfície do material. <sup>(39)</sup>

O comportamento osteointegrador do titânio pode ser otimizado através da compreensão das características da superfície dos implantes, tais como: determinação dos efeitos da energia de superfície, composição, rugosidade e topografia sobre as respostas biológicas iniciais (proliferação celular, diferenciação, produção de matriz extracelular, maturação e calcificação óssea). <sup>(29)</sup>

As superfícies texturizadas promovem maior contato osso-implante favorecendo contatos mais rapidamente permitem que os implantes osteointegrados com essas superfícies recebam cargas funcionais mais precocemente e favorecem seu prognóstico quando aplicados em tecido ósseo pouco compacto, ou em osso regenerado. <sup>(30)</sup>

Em estudos efetuados em ratos verifica-se maior contato osso – implante utilizando-se implantes com superfície jateada com óxido de alumínio e condicionadas com ácido em comparação as superfícies usinadas. <sup>(31)</sup>

Estudos experimentais efetuados revelam que em superfícies de implantes tratados com jateamento de plasma de titânio é possível observar micro poros extensos e irregulares (entre 20µm e 30µm) que conferem grande rugosidade favorável ao aumento da área de contato osso-implante. <sup>(32)</sup>

A modificação de superfícies nos materiais de titânio melhora a aposição óssea e a adesão do tecido <sup>(33)</sup>. Esses fatos foram observados no experimento efetuado na superfície de implantes quimicamente tratados, onde foi possível verificar boa apresentação de células fusiformes e poligonais com prolongamentos na superfície do implante. <sup>(34)</sup>

**CARVALHO**, et al., avaliando estudos macroscópicos e histológicos do parafuso de titânio do sistema T.F. recoberto pelo processo plasma spray, concluíram que o material apresenta tecido ósseo maduro em contato com o implante <sup>(35)</sup>.

**PAREDES**, et al. <sup>(36)</sup> em estudos realizados em superfícies de titânio revestidos pelo processo plasma spray verifica o aumento da área de contato superficial do implante, proporcionando maior contato osso e conseqüentemente maior área de osteointegração.

**KARABUDA**, et al. <sup>(37)</sup> comparando o contato ósseo em implantes imediatos com superfícies de plasma-spray de titânio e superfície recoberta por hidroxiapatita observaram um contato de 75,7% com hidroxiapatita e 70,6% com titânio.

Alguns pesquisadores defendem que a rugosidade da superfície de titânio oferece uma melhor adesão para a rede de fibrina, por onde migram os osteoblastos para as proximidades da superfície do implante a fim de secretar matriz óssea, dando início à formação da interface osteointegração. <sup>(81,82)</sup>

**CANÇADO**, em estudos efetuados em animais concluiu que quando comparada com superfície lisa, à superfície rugosa apresenta melhor resultado nos testes hidromorfométricos e testes de remoção por arrancamento ou torque. <sup>(83)</sup>

Pesquisas revelam que variações nas texturas de superfícies ou microestrutura podem afetar a resposta celular em um implante de titânio <sup>(65,66)</sup> e que as células osteoblásticas aderem mais rapidamente em superfícies rugosas de titânio, onde há proliferação mais acentuada da síntese da matriz extracelular com subsequente mineralização. <sup>(67)</sup>

Atualmente, uma infinidade de tratamentos superficiais tem sido aplicada aos implantes dentários de titânio. Destacando-se:

**1. JATEAMENTO DE PARTÍCULAS:** tem por objetivo a criação de uma superfície bioativa. No entanto, outras finalidades como a prevenção da liberação de íons, o mascaramento das contaminações das superfícies causadas pelos processos de fabricação e a produção de uma superfície rugosa e porosa também são objetivadas. <sup>(10)</sup>

Caracteriza-se por ser uma técnica simples e de baixo custo que consiste em aspergir partículas de óxidos sobre a superfície do implante, resultando em cavitações ou ranhuras irregulares de grande profundidade. As partículas são projetadas com elevada velocidade e pressão para o bocal de uma pistola por meio de ar comprimido. A energia de impacto das partículas causa deformação plástica na superfície do implante aumentando a sua rugosidade superficial. Do ponto de vista mecânico, confere melhora no acabamento superficial do implante pela eliminação de pequenos defeitos gerados na usinagem, como trincas e saliências. <sup>(40)</sup>

**2. ATAQUE ÁCIDO:** têm por objetivos principais a limpeza da superfície, criação de rugosidade e ativação da superfície através da alteração estrutural da camada de óxido. A profundidade da rugosidade criada é determinada pela concentração, tempo de aplicação e temperatura do ácido. A rugosidade obtida por este método está na faixa de 0,5 a 3  $\mu\text{m}$ .  
(38,41,42).

A desvantagem deste método é que pode acarretar na fragilização do titânio pela incorporação de hidrogênio ao material, resultando em micro trincas na sua superfície.<sup>(39,42)</sup> A fragilização do titânio por hidrogênio está associada com a formação de uma fase híbrida, acarretando redução da ductilidade do titânio. Este fenômeno está relacionado com a ocorrência de mecanismos de fratura em implantes dentários<sup>(42)</sup>.

Muitos fabricantes utilizam ataque ácido em combinação com outra técnica de tratamento superficial para obtenção de implantes com superfícies híbridas, possuindo características simultâneas de macro e micro retenção.<sup>(38,39,42,43)</sup>

**2. ANODIZAÇÃO:** consiste na formação, sob condições controladas, de um revestimento contínuo, liso e aderente de óxido sobre a superfície do metal base.<sup>(44)</sup>

É considerado um processo complexo e dependente de muitos parâmetros. A camada de óxido formada pode ser densa ou porosa, cristalina ou amorfa, conforme os parâmetros do processo.<sup>(42)</sup>

Na tabela IV tem-se uma visão geral das modificações superficiais feitas em implantes de titânio e suas ligas:

**TABELA IV - Visão geral das modificações superficiais em implantes de titânio e suas ligas** <sup>(85)</sup>

| Método de Modificação   | Camada Modificada  | Objetivos  |
|---|--|--|
| <b>Métodos mecânicos</b>                                      |  |  |
| Usinagem<br>Polimento<br>Jateamento de partículas,<br>Abrasão | Superfície lisa ou rugosa formada por processos de subtração   | Produzir topografias superficiais específicas, superfícies limpa e rugosa; melhorar a adesão osso-implante.                              |
| <b>Métodos químicos</b>                                       |  |  |
| <u>Tratamentos químicos</u>                                   |  |  |
| Ataque ácido Alcalino   | < 10nm de camada oxidada<br>~ 1µm de titanato de sódio gel   | Remover camadas oxidadas e contaminações; Melhorar a biocompatibilidade, bioatividade ou condutividade óssea.                            |
| Peróxido de hidrogênio  | ~ 5nm de camada de óxido inerte densa e camada exterior porosa.  | Melhorar a biocompatibilidade, bioatividade ou condutividade óssea.  |
| <u>Sol-gel</u>  | ~ 10µm de filme fino, como fosfato de cálcio e óxido de titânio.   | Melhorar a biocompatibilidade, bioatividade ou condutividade óssea.  |
| <u>Oxidação anódica</u>                                       | ~ 10nm a 40µm de camada de TiO <sub>2</sub> , adsorção e incorporação de ânions eletrolíticos.                                       | Padronizar topografia específica; melhorar a resistência à corrosão; melhorar a biocompatibilidade; bioatividade ou condutividade óssea. |
| <u>CVD</u>  | ~ 1µm de filmes finos de TiN, TiC, TiCN, diamante, diamante – carbono.   | Melhorar a resistência à abrasão e à corrosão e compatibilidade sanguínea.   |
| <b>Métodos físicos</b>  |  |  |
| <u>Aspersão térmica</u>                                       |  |  |
| Flame spray<br>Plasma spray<br>HVOF<br>DGUN                   | ~ 30 a 200µm de recobrimento como Ti, HÁ, silicato de cálcio, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , ZrO <sub>2</sub> , TiO <sub>2</sub> . | Melhorar a resistência à abrasão e à corrosão e propriedades biológicas.   |
| <u>PVD</u>  |  |  |
| Evaporação<br>Íon plating<br>Sputtering                       | ~ 1µm de filmes finos de TiN, TiC, diamante, diamante-carbono.   | Melhorar a resistência à abrasão e à corrosão e propriedades sanguíneas.   |
| <u>Implantação iônica e deposição</u>                         |  |  |
| Beam-line íon<br>implantaion PIII                             | ~ 10nm de camada da superfície modificada e ou µm de filmes finos.   | Modificar a composição superficial; melhorar a resistência à abrasão e à corrosão e biocompatibilidade.                                  |
| <u>Tratamentos com descarga de plasma</u>                     | ~ 1 a 100nm de camada da superfície modificada   | Limpeza, esterilização, oxidação, nitretação da superfície; remover camada oxidada nativa.   |

### 2.5.1. Aspersão térmica

A aplicação de revestimentos protetores aplicados através da Aspersão Térmica tem o objetivo de diminuir as taxas de desgaste e aumentar a resistência à corrosão dos materiais, peças, e componentes estruturais. Também é utilizada em peças que requeiram isolamento térmico, isolamento elétrico e compatibilidade biológica. <sup>(84)</sup>

Nos processos de **ASPERSÃO TÉRMICA**, os materiais de deposição são fundidos ou aquecidos em uma fonte de calor gerada no bico de uma pistola apropriada por meio de combustão de gases, de arco elétrico ou por plasma. Imediatamente após a fusão, o material finamente atomizado é acelerado por gases sob pressão contra a superfície a ser revestida, atingindo-a no estado fundido ou semi-fundido. Ao se chocarem contra a superfície, as partículas achatam-se e aderem ao material base e na sequência sobre as partículas já existentes, originando-se assim uma camada de estrutura típica e diferente de qualquer outra forma metalúrgica. Essas camadas são constituídas de pequenas partículas achatadas em direção paralela ao substrato, com estrutura típica lamelar contendo inclusões de óxidos, vazios e porosidade. <sup>(44)</sup>

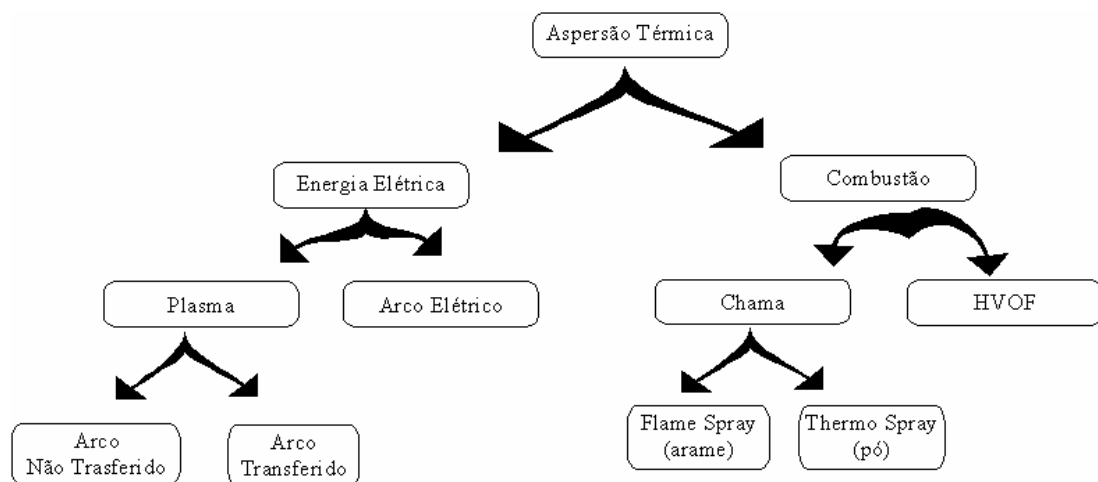
Geralmente nos processos de aspersão térmica de uso industrial as distâncias de projeção das partículas variam de 100 até 300 mm e para obter uma aderência adequada ao substrato, este deve ter um grau de limpeza elevado (Sa3). Na aspersão térmica a limpeza é obtida através do jateamento abrasivo, permitindo com isso obter no substrato limpeza e rugosidade, que permitem o ancoramento mecânico das partículas no momento do impacto. O processo de AT ASP admite um grau de limpeza menor (Sa2. 5) da superfície a ser aluminizada sem prejudicar a aderência das partículas ao substrato no

momento do impacto. Os processos de AT de maior utilização industrial são classificados em função dos métodos de geração da energia: energia elétrica ou combustão. <sup>(44)</sup>

Na Figura 01 é apresentado um esquema dos processos de aspersão térmica existentes.

As variações básicas nos processos de aspersão térmica se referem ao material a ser aplicado, ao método de aquecimento e ao método de aceleração das partículas em direção ao substrato. <sup>(46)</sup>

O sucesso no uso de revestimentos aspergidos termicamente dependem de sua aplicação cuidadosa segundo procedimento bem estabelecido. <sup>(46)</sup>



**Figura 01 – Processos de aspersão térmica - <sup>(45)</sup>**

Os revestimentos termicamente aspergidos apresentam três aspectos básicos: o substrato, a adesão do revestimento e a estrutura deste. <sup>(46)</sup>



A adesão é determinada pela preparação da superfície do substrato, pela distância da tocha à peça, pela composição da partícula do tipo do processo de aspersão térmica utilizada. <sup>(47)</sup>

Como resultado do efeito térmico, tensões residuais são geradas, originando a formação de trincas. <sup>(47)</sup>

As tensões residuais surgem em recobrimentos processados por aspersão térmica essencialmente de duas fontes. A primeira devido ao resfriamento brusco sofrido pelas partículas depositadas, de sua temperatura de fusão até a temperatura atingida pelo substrato durante o processo de deposição. A segunda é a diferença entre o coeficiente de expansão térmica do material do recobrimento e do substrato. Quando o conjugado resfria da temperatura do substrato até a temperatura ambiente a diferença de expansão existente entre os dois materiais provocará uma deformação de desajuste e consequentemente tensões residuais. <sup>(48)</sup>

#### **2.5.1.1. Histórico da aspersão térmica**

A Aspersão Térmica desenvolveu-se a partir de **1910**, tendo como seu precursor M.U. SCHOOP, que apresentou o primeiro sistema de metalização, utilizando um equipamento que empregava arames metálicos como consumíveis, com alimentação uniforme através de ar comprimido e fusão do metal por meio de chama à gás. <sup>(49)</sup>

Em **1940**, foi desenvolvida uma pistola que utiliza o calor gerado por um arco voltaico, entre as pontas dos dois arames, para a fusão do consumível. <sup>(49)</sup>

Na década de **60**, foi desenvolvido o processo de aplicação por arco plasma, e mais tarde o processo de deposição de pós por detonação. <sup>(44)</sup>

Na década de **80** foi desenvolvido o sistema a chama com pistola hipersônica, permitindo com isto transferir as partículas aspergidas à elevada velocidade.

A partir da década de **90**, o avanço da indústria de equipamento e materiais para aspersão térmica é muito grande, otimizando os equipamentos, utilizando gases de transporte que não contaminam ou oxidam as partículas após a fusão. Hoje as velocidades das partículas projetadas alcançam 5000 m/s.

#### **2.5.1.2. Processos aspersão térmica (A.T.)**

##### **Processo de aspersão térmica a chama oxiacetilênica (FS – Flame spray)**

Processo que utiliza o calor gerado pela combustão de uma mistura de gases oxigênio - acetileno ou oxigênio - propano para fundir o material de deposição. Pode-se utilizar materiais para revestimentos sob a forma de pó ou arame (sólido e tubular), metais e ligas metálicas, materiais cerâmicos e alguns plásticos. Na Figura 02 e 03 são mostrados os componentes básicos de um equipamento de AT, que essencialmente segue o equipamento desenvolvido por Schoop; os cortes dos bicos das pistolas destacam-se as variantes com consumível na forma de pó ou arame. A mistura dos gases no bico da pistola produz a combustão, que permite apenas fundir o material e não é utilizada para transferir as partículas contra o substrato. Para isso se utiliza normalmente jato de ar comprimido que atomiza o metal fundido e o projeta até o substrato. <sup>(44)</sup>

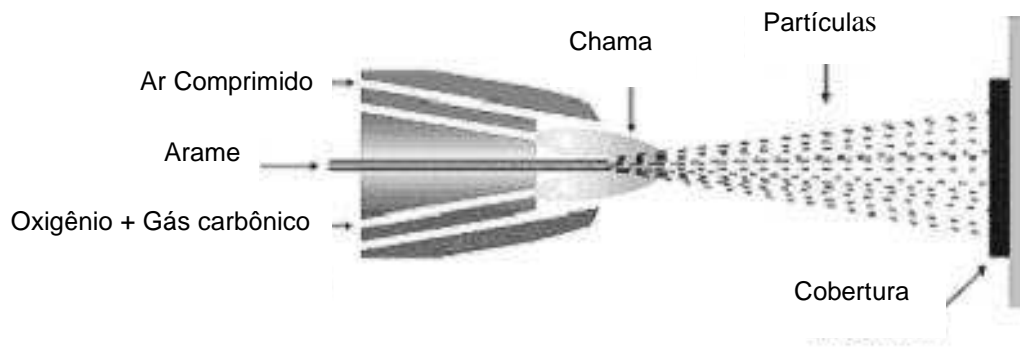
Quando é utilizado material de aporte na forma de pó, este é alimentado para a pistola geralmente por gravidade, onde as partículas contém mínima velocidade no momento do encontro com a chama que as funde, no instante, o jato de ar comprimido as projeta contra o substrato. <sup>(44)</sup>

Normalmente, as velocidades de transferência são baixas, portanto, a aderência do material depositado é fraca. Logo, as aplicações mais recomendadas resumem-se à utilização dos materiais chamados auto-fluxantes (principalmente as ligas a base de níquel). Estas ligas, após serem depositadas, são aquecidas com auxílio de maçaricos ou fornos para fundir a camada depositada e atingir a densificação e aderência desejada. Quando é utilizado arame, este é alimentado de forma contínua (concêntrica) até o bico de combustão por uma turbina movida geralmente a ar comprimido, as velocidades de transferência das partículas fundidas são maiores, permitindo ao ar comprimido transferi-las com maior velocidade (maior energia cinética) até o substrato. Esta energia é aumentada pelo ar comprimido de duas maneiras <sup>(44)</sup> :

- distribuem os gases combustíveis ao redor do arame para uma fusão uniforme e,
- asseguram o tempo suficiente de permanência do arame na chama para uma fusão eficiente, mesmo utilizando-se velocidades do ar comprimido elevadas.

As principais variáveis que devem de ser reguladas no processo FS são: pressão e fluxo de ar comprimido, utilizado para transferir as partículas da fonte de calor até o substrato e para fornecer à turbina a pressão suficiente para alimentar com arame o bico da pistola e, o fluxo de acetileno e oxigênio para formar e manter a chama (neutra) que permite a fusão do material. <sup>(84)</sup>

Neste processo as partículas oxidam, pelo oxigênio contido no ar, prejudicando com isso a aderência. Pode-se, também, utilizar para o transporte das partículas gás inerte em lugar de ar comprimido para minimizar a oxidação. <sup>(44)</sup>



**Figura 02** – Processo chama oxiacetilênica – FS FLAME SPRAY <sup>(50)</sup>



**Figura 03** – Processo chama oxiacetilênica

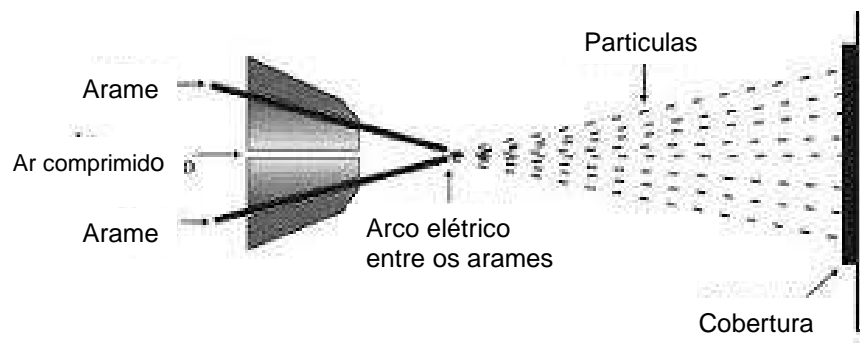
### Processo de aspersão térmica por arco elétrico (ASP - Arc spray process)

Processo que utiliza um arco elétrico como fonte de calor para fundir o arame de deposição.

O arco elétrico é obtido por diferencial de potencial no bico de uma pistola onde chegam 2 arames do material de deposição. Forte jato de ar comprimido é dirigido ao arco elétrico, na região onde se funde o material, atomizando-o e projetando-o contra o substrato. <sup>(44)</sup>

Na atualidade as pistolas de ASP utilizadas são de bico fechado e tem a proteção do jato de ar comprimido secundário, cuja aerodinâmica impede que as partículas se aglomerem em seu trajeto até o substrato. <sup>(44)</sup>

O acionamento do mecanismo de alimentação contínua do arame pode ser feito por meio de pequena turbina movida a ar comprimido ou por motor elétrico. A velocidade de projeção de partículas atinge até 250 m/s. Na unidade de controle é ajustada a alimentação dos arames, o retificador de corrente continua trabalha entre 18 e 40 V e permite operação com vários materiais, sejam puros ou ligados (sólidos e tubulares). A abertura do arco e o tamanho da partículas aumentam com a elevação da voltagem. A voltagem deve ser mantida nos níveis mais baixos para manter a estabilidade do arco o que deveria resultar em camadas mais densas e uniformes. As temperaturas geradas no arco elétrico são da ordem de 4000 a 6000 °C, onde quaisquer dos materiais empregados neste processo são fundidos. <sup>(72)</sup>



**Figura 04** - Processo aspersão térmica por arco elétrico - ASP – ARC SPRAY PROCESS

Na Figura 04 tem-se um esquema do processo aspersão térmica por arco elétrico .

**Processo de aspersão térmica a chama de alta velocidade ( HVOF– High velocity oxy-fuel )**

Este processo é mais moderno que os anteriores, o calor gerado na combustão utiliza uma mistura de oxigênio com gases combustíveis (propileno, propano ou querosene), a chama atinge temperaturas na faixa entre 2700 e 3100 °C. <sup>(44)</sup>

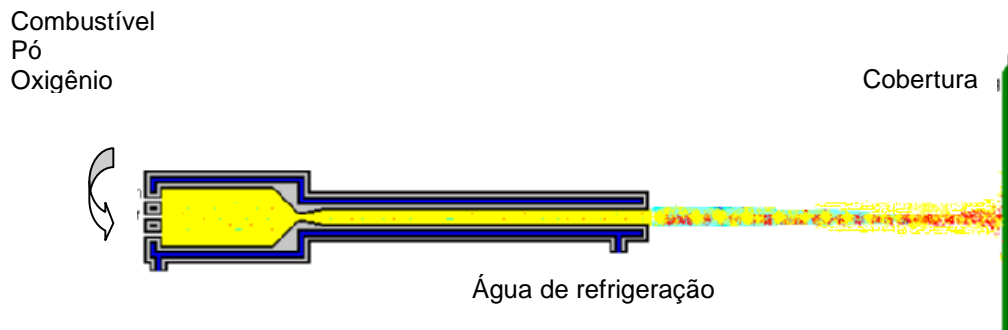
No caso da utilização de pó como material de deposição a sua alimentação é feita de forma concêntrica ao bico da pistola, utilizando gás nitrogênio para transferir o pó, inclusive no trajeto até o bico o pó é atomizado no passo por uma câmara quente tipo venturi, sendo, portanto, além de aquecido o pó, aumentada sua velocidade. Logo, atravessa com elevada velocidade a chama. O pó não funde devido ao curto tempo que estas ficam na fonte de calor, apenas são aquecidas, permitindo com isto um aumento significativo da energia cinética das partículas, logo, no momento do impacto contra o substrato, estas transferem elevada energia <sup>(44)</sup>.

As camadas de alumínio (pó) depositadas por este processo se caracterizam por manter a forma original das partículas (levemente deformadas) quando depositadas no substrato, até o momento é o processo que permite obter a maior aderência e a menor porosidade. Sendo que os poros ficam concentrados entre as partículas maiores e entre as que rompem pelo impacto no substrato.

O equipamento utilizado observa-se na Figura 05 e 06, onde a velocidade de projeção das partículas pelo jato de transferência (fluxo nitrogênio + propagação da chama) podem atingir até 1200 m/s, sendo conhecido como processo supersônico. Na atualidade existem pistolas mais modernas que permitem gerar velocidades dos gases que transferem as partículas entre 3200 e 5000 m/s <sup>(44)</sup>.



**Figura 05** – Processo aspersão térmica a chama de alta velocidade – HVOF  
– HIGHT VELOCITY OXY-FUEL



**Figura 06** – Esquemático pistola HVOF

Neste tipo de pistola o gás combustível e oxigênio se misturam e são atomizados antes de passar, através de orifícios, para a câmara de combustão, criando desta forma uma combustão estável, limpa e uniforme. A pressão da câmara de combustão é monitorada para assegurar a pressão constante e a combustão apropriada. <sup>(44)</sup>

O exclusivo sistema de saída, convergente/divergente, da câmara de combustão é dimensionado para criar um jato supersônico que mantém a área de baixa pressão onde o pó é radialmente injetado através de múltiplos injetores. O JP-5000 usa a injeção radial de pó no canhão da pistola, ao contrário dos outros sistemas de HVOF que se utilizam de injeção axial (METCO). <sup>(44)</sup>

O sistema radial tem vários benefícios:

- Menor pressão de injeção do pó é necessária, uma vez que o pó é injetado em uma área de baixa pressão criada pelo sistema convergente/divergente da saída da câmara de combustão.

A velocidade e a temperatura do pó estão mais bem distribuídas através do spray. Uma vez injetado, o pó se mistura com o gás e é acelerado até próximo da máxima velocidade, no ponto em que deixa o canhão, e carregado à frente com velocidade constante até seu impacto com o substrato. A saída convergente/divergente no interior da câmara de combustão é projetado para conduzir uma configuração de fluxo que auxilia na distribuição do pó e produz um perfil quase único de velocidade de partícula quando de sua saída do canhão. Isso resulta em um revestimento mais consistente. <sup>(44)</sup>



Um depósito consistente de revestimento significa que menos pó será necessário para se alcançar a espessura desejada, e menos trabalho de usinagem será requerido para se obter o acabamento necessário. <sup>(44)</sup>

### **Processo de aspersão térmica por plasma ( PS– plasma spray )**

O desenvolvimento da indústria aeroespacial abriu um campo extraordinário para a utilização dos revestimentos aplicados por AT. A grande maioria dos materiais que se prestam a estas aplicações são os oxi-cerâmicos e carbetos que exigem temperaturas para sua fusão e sobre aquecimento muito acima daquelas obtidas na chama de gás ou arco elétrico. <sup>(44)</sup>

Por isto desenvolveu-se o “Plasma” que veio atender estas novas exigências. Ao mesmo tempo, ele criou uma nova família de materiais e técnicas de deposição para enorme gama de aplicações industriais. Neste processo utiliza-se materiais consumíveis exclusivamente sob a forma de pó.

Para se compreender melhor o processo de deposição com plasma, convém uma breve explicação da base teórica. Plasma é o nome dado a gases elevados a um nível energético superior ao estado gasoso normal. Gases comuns consistem de moléculas que, quando aquecidas, seguem as leis da física e termodinâmica clássicas, enquanto o plasma se comporta de acordo com leis próprias, o que lhe valeu o título de quarto estado da matéria. <sup>(44)</sup>

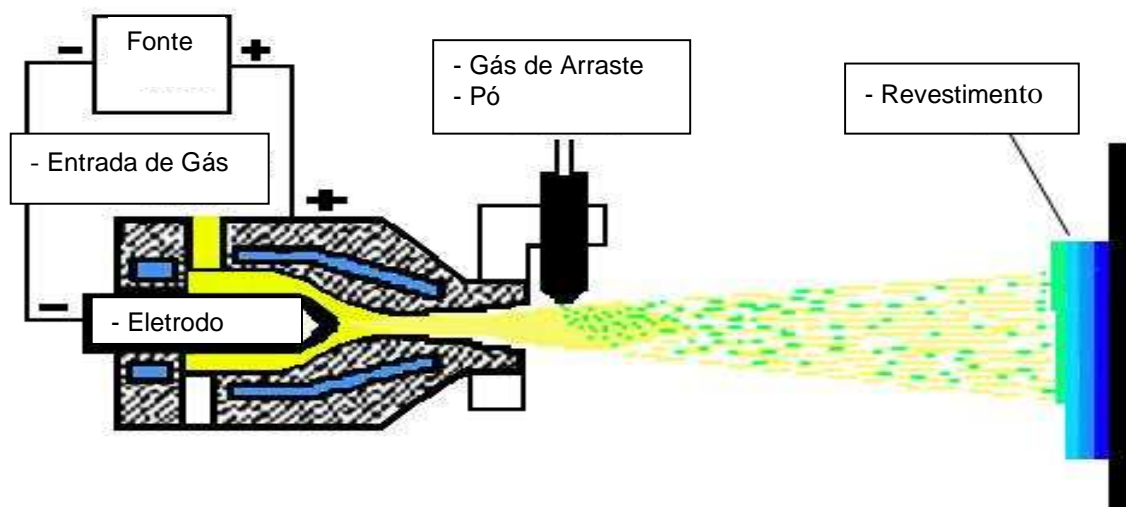
A elevação do nível energético de gases di ou multi-atômicos para plasma, processa-se em dois estágios. Com alimentação de energia, tem-se inicialmente a dissociação da molécula para átomos independentes. Continuando a alimentação de energia, temos uma elevação do nível energético proporcional ao aumento da temperatura até chegarmos ao nível onde a energia alimentada causa a ionização do átomo. <sup>(44)</sup>

Isto significa que um ou mais elétrons são separados do átomo, passando, conseqüentemente, o gás a ser condutor de eletricidade, tendo o elétron carga negativa e o resto do átomo, carga positiva. <sup>(44)</sup>

Submetendo-se um gás nobre ou mono atômico ao mesmo processo, a seqüência é idêntica, com exceção da dissociação da molécula. A energia necessária para a dissociação e ionização do gás é liberada novamente quando ele se esfria e esta energia é utilizada para o aquecimento e fusão dos materiais a serem depositados.

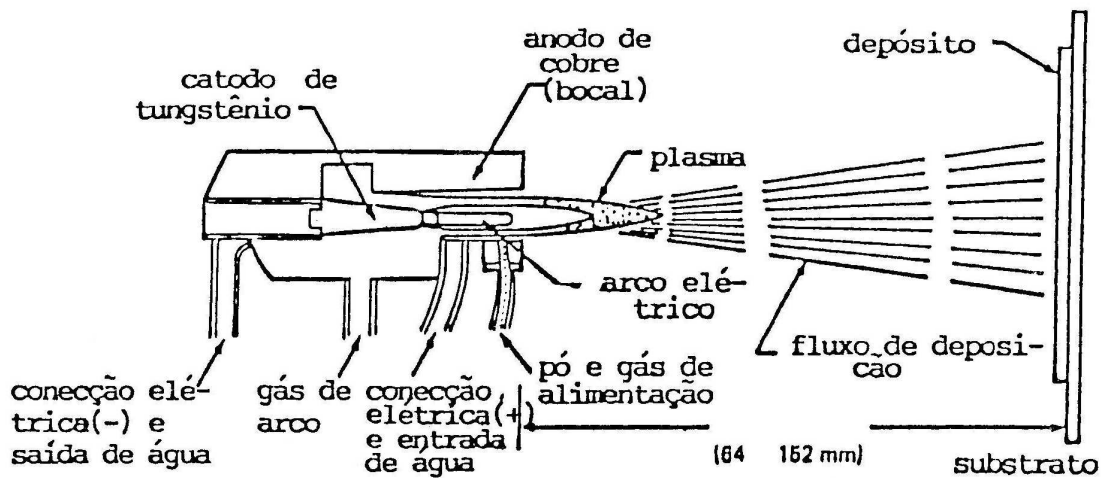
Existem dois modos de formação de plasma arco transferido e o não transferido:

No primeiro caso, o arco atinge a peça de trabalho que fecha o circuito elétrico. No segundo caso, o arco é estabelecido e mantido entre o eletrodo e o orifício constrito. O plasma é forçado através do orifício pelo gás e a peça não faz parte do circuito elétrico. O calor útil é obtido somente do jato de plasma, sendo conhecido como processo de aspersão térmica plasma spray – PS. <sup>(44)</sup>



**Figura 07** – Processo aspersão térmica por plasma spray ( PS – Plasma Spray)

Em uma pistola para aspersão a plasma um gás ou uma mistura de gases passa através de um arco elétrico anular que se forma entre um eletrodo central de tungstênio (cátodo) e o orifício de um bico de cobre (ânodo). O gás é aquecido nesse arco elétrico e absorve a energia necessária para a dissociação e ionização de suas moléculas, dando origem ao plasma. Na saída da pistola, as moléculas do gás liberam a energia absorvida durante a formação do plasma e retornam para a forma original, mais estável. Este processo cria uma zona de altíssima temperatura onde é injetado o pó. Este é fundido, superaquecido e pulverizado a altas velocidades. <sup>(44)</sup>



**Figura 08** – Esquemático pistola plasma spray

A quantidade de energia, a temperatura e a velocidade do jato de plasma são controladas pelo tipo de bico empregado, pela corrente elétrica, pelo balanceamento da mistura de gases e pelo fluxo destes gases <sup>(44)</sup>. Comercialmente, utiliza-se nitrogênio ou argônio na formação do plasma e hidrogênio ou hélio para aumentar a entalpia e a velocidade do plasma <sup>(44)</sup>.

Este processo fornece temperaturas de até 17.000 °C. A combinação de alta temperatura, rápido aquecimento das partículas e atmosfera inerte permite a aplicação de revestimentos com qualidade para as mais diversas aplicações. A taxa de aspersão padrão é de cerca de 3 kg/h, mas pode-se atingir 25 kg/h com algumas pistolas e para alguns materiais cita velocidades de partícula da ordem de 300 m/s para um sistema de 40 kW e 500 m/s para um sistema de 80 KW. <sup>(73)</sup>

## **2.6. Técnicas de caracterização**

### **2.6.1. Microscopia eletrônica de varredura**

O equipamento de microscopia eletrônica de varredura consiste de uma fonte que gera elétrons que são colimados ao passar por lentes eletromagnéticas, sendo focalizados em uma região muito pequena da amostra. Bobinas adequadamente colocadas promovem a varredura desse feixe sobre a área da amostra a ser examinada. A interação feixe-amostra gera uma série de sinais que são captados por um detector. Após a ampliação, esse sinal modula o brilho de um tubo de raios catódicos, que é varrido de forma sincronizada com a varredura da superfície da amostra, gerando uma imagem ponto a ponto da superfície examinada.<sup>(86)</sup>

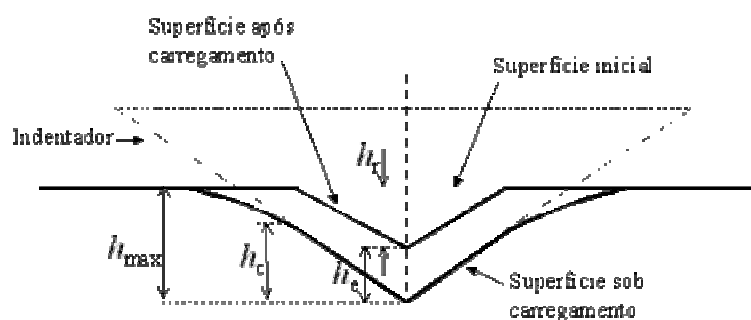
A vantagem nesta técnica está na sua excelente profundidade de foco, que permite a obtenção de imagens de superfícies de fraturas ou superfícies irregulares com alta definição<sup>(87)</sup>. Por outro lado, a técnica não permite análise quantitativa de topografia.<sup>(88)</sup>

Os elementos químicos presentes na amostra podem ser detectados e quantificados com o acoplamento de um espectrômetro por energia dispersiva (EDS - Energy Dispersive Spectroscopy).<sup>(78)</sup>

### 2.6.2. Nanoindentação

Técnica utilizada para medir propriedades elásticas e plásticas em escala muito pequenas. Consiste em fazer penetrar uma ponta de diamante no material, controlando e registrando a carga e a profundidade de penetração que é feita em escala nanométrica produzindo uma grande quantidade de dados. Estes dados colocados em um diagrama força-deslocamento descrevem curvas denominadas carregamento – descarregamento, e servem para caracterizar as amostras. É uma ferramenta muito útil para medir propriedades mecânicas de materiais com superfícies modificadas, filmes finos ou recobrimentos. <sup>(78)</sup>

Abaixo representação esquemática da geometria da superfície da amostra nas situações de carga máxima e após a retirada do indentador.  $h_c$ ,  $h_{max}$  e  $h_r$  são as profundidades de contato, da superfície original na situação de carga máxima e da impressão residual, respectivamente, e  $h_e$  é o deslocamento elástico durante a descarga. <sup>(89)</sup>



**Figura 09** – Representação de geometria de superfície na nanoindentação. <sup>(89)</sup>

Com isto, pode-se então obter a dureza do material usando a equação <sup>(90)</sup>

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (1)$$

Para um indentador ideal do tipo *Berkovich* (uma pirâmide de três lados com cada lado formando um ângulo de  $65,3^\circ$  com um plano normal à base da pirâmide), a área projetada se relaciona com a profundidade de contato através da expressão.

$$A = 24,5h_c^2 \quad (2)$$

É interessante comentar que na prática, devido a imperfeições e ao desgaste do indentador, a relação entre a profundidade de contato e a área projetada é determinada a partir de análises de indentações feitas periodicamente em um material (normalmente quartzo) com  $H$  e  $E$  conhecidos.<sup>(90)</sup>

A análise dos resultados obtidos com um indentador Berkovich (o tipo mais comumente empregado) é geralmente feito usando o método desenvolvido por Oliver e Pharr e que teve sua origem em um modelo inicialmente desenvolvido por Doerner e Nix. Neste método, o efeito de indentadores não perfeitamente rígidos é levado em consideração com a introdução do chamado *módulo elástico reduzido*  $E_r$ , definido pela equação:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (3)$$

Onde  $\nu_s$  e  $\nu_i$  são, respectivamente, as razões de Poisson (definida como a razão entre as deformações específicas transversal e longitudinal) da amostra e do indentador e  $E_i$  é o módulo de Young do indentador. No nosso caso, com uma ponta de diamante,  $E_i = 1141$  GPa e  $\nu_i = 0,07$ .

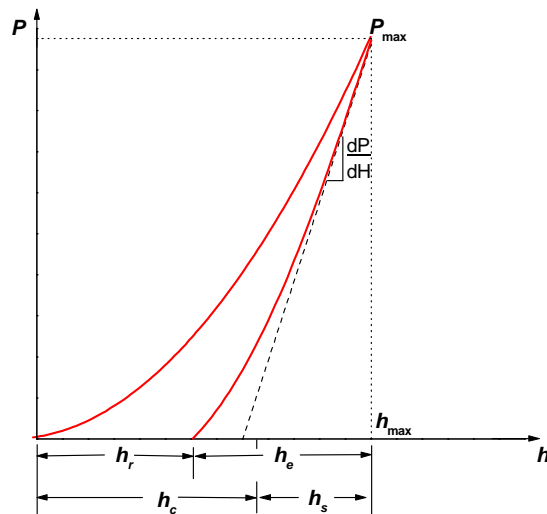
Ainda segundo Oliver e Pharr, a profundidade de contato é dada por:

$$h_c = h_{\max} - 0,75 \frac{P_{\max}}{S} \quad (4)$$

Onde a grandeza  $S$ , denominada rigidez do material, é obtida a partir da inclinação da porção inicial da curva de descarga (Fig. 4), ou seja,

$$S = \frac{dP}{dh} \quad (5)$$

Com isto, uma vez determinado  $h_c$ , pode-se então determinar a dureza do material através da Eq. (1).



**Figura 10** - Curva carga *versus* deslocamento para carregamento elasto-plástico seguido por descarga elástica.

Finalmente, o módulo reduzido é obtido a partir da expressão [1,4]



$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A}} S \quad (6)$$

As análises de nanoindentação são realizadas com um nanoindentador [Hysitron](#) modelo TriboIndenter. Este equipamento permite ainda o deslocamento, de forma controlada, da ponta sobre a superfície da amostra. Com isto, pode-se gerar nano riscos e assim estudar o desgaste e a resistência a risco da superfície. Além disto, este recurso possibilita o imageamento da superfície por microscopia de força atômica (AFM).

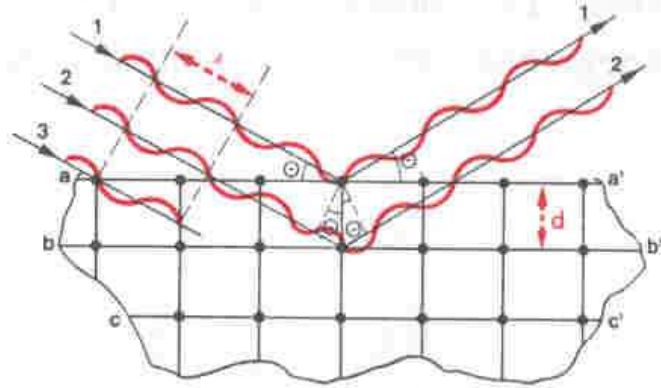
### 2.6.3. Difratometria raios X

Esse método utiliza raios-x de comprimento de onda conhecidos para determinar os espaçamentos dos planos cristalinos desconhecidos. Os raios X são ondas eletromagnéticas de alta energia e pequeno comprimento de onda. Quando o feixe de raios X atinge os átomos do material a ser analisado, seus elétrons são acelerados e passam a reemitir radiação com a mesma energia, porém em todas as direções. Se os átomos estiverem num arranjo periódico, as ondas sofrerão interferência, ou seja, ocorre uma reflexão apenas em certos ângulos de incidência e reflexão <sup>(64)</sup>. A Figura 11 mostra interferência construtiva de feixes em planos atômicos <sup>(91)</sup>.

Para que ocorra uma interferência construtiva das ondas espalhadas é necessário que a Lei de Bragg seja obedecida:

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (7)$$

Onde  $\lambda$  é o comprimento de onda da radiação,  $d$  a distância interplanar e  $\theta$  o ângulo de incidência .



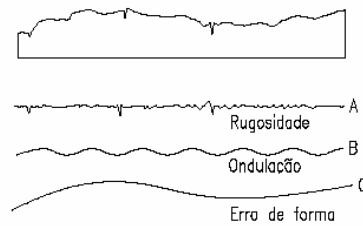
**Figura 11** – Esquemático lei de Bragg-Bretano

As linhas horizontais aa' e bb' são os planos atômicos. Quando a Lei de Bragg é obedecida há um pico de intensidade.

O padrão de difração é único para cada tipo de cristal. Dessa forma, é possível descobrir a estrutura cristalina de materiais por Difractometria de raios X .

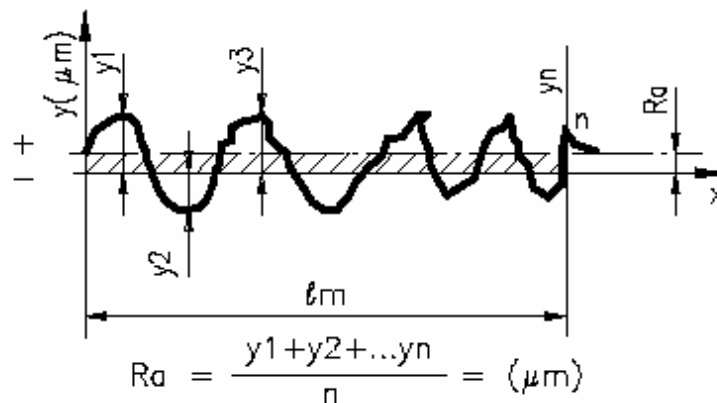
#### **2.6.4. Rugosidade**

Tomando-se uma pequena porção de uma superfície real, observamos que ela é composta de rugosidade (textura primária), ondulação (textura secundária) e erro de forma (erros macro geométricos).<sup>(92)</sup>



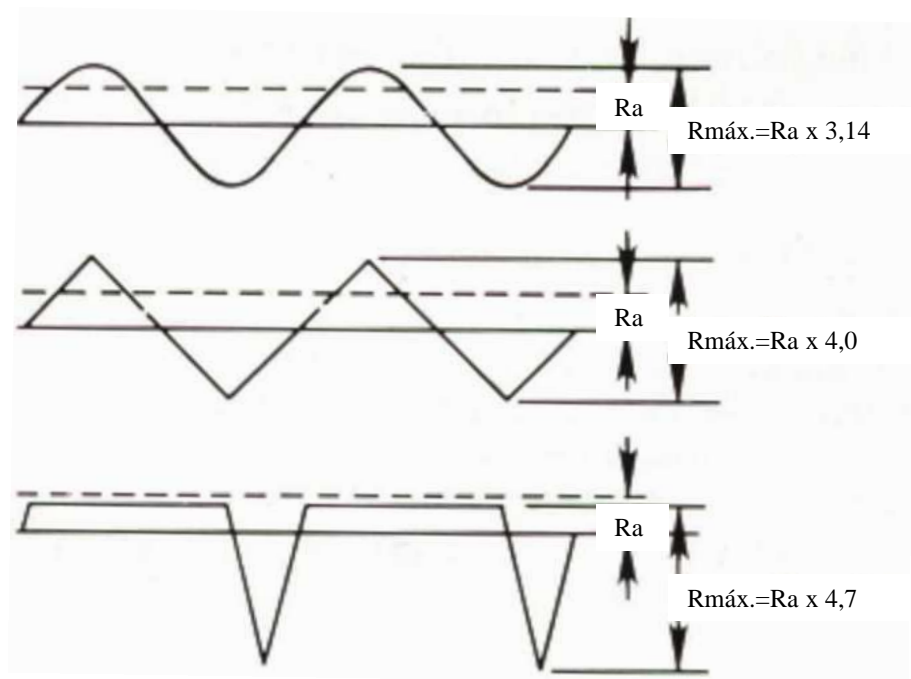
**Figura12-** Rugosidade superficial

Entre os parâmetros de rugosidade, o mais utilizado é a rugosidade média  $R_a$ , sendo definida como: a média aritmética dos valores absolutos das ordenadas de afastamento ( $y_i$ ), dos pontos do perfil de rugosidade em relação à linha média, dentro do percurso de medição ( $l_m$ ). Essa grandeza pode corresponder à altura de um retângulo, cuja área é igual à soma absoluta das áreas delimitadas pelo perfil de rugosidade e pela linha média, tendo por comprimento o percurso de medição ( $l_m$ ).<sup>(92)</sup>



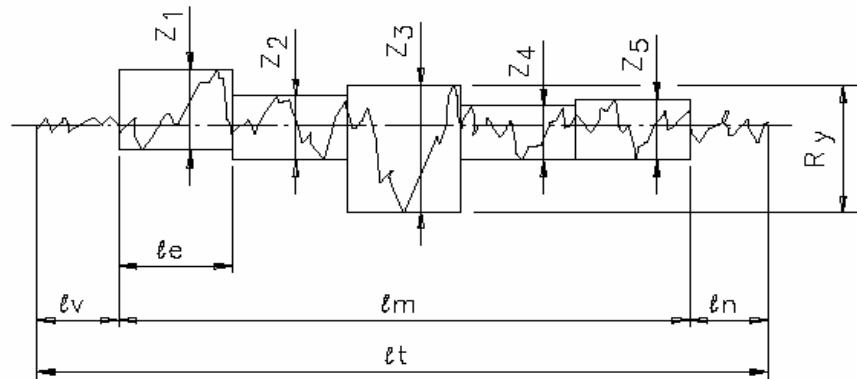
**Figura 13 -** Rugosidade média –  $R_a$

Porém, somente o parâmetro  $R_a$  não é capaz de descrever totalmente uma superfície. A Figura a seguir mostra superfícies diferentes que possuem o mesmo  $R_a$ <sup>(92)</sup>



**Figura 14** – Diferentes superfícies com o mesmo  $R_a$

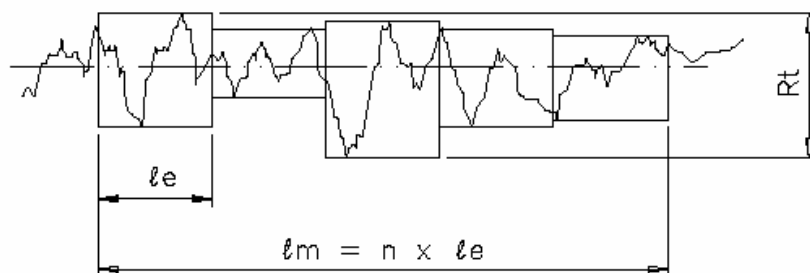
Outro parâmetro utilizado é a rugosidade máxima  $R_y$ , definida como sendo: o maior valor das rugosidades parciais ( $Z_i$ ) que se apresenta no percurso de medição ( $l_m$ ). Por exemplo: na Figura a seguir, o maior valor parcial é o  $Z_3$ , que está localizado no 3º cut off, e que corresponde à rugosidade  $R_y$ .<sup>(92)</sup>



**Figura 15** - Rugosidade  $R_y$  definida pela rugosidade parcial ( $Z_3$ )

Individualmente o  $R_y$ , não apresenta informação suficiente a respeito da superfície, isto é, não informa o formato da superfície.

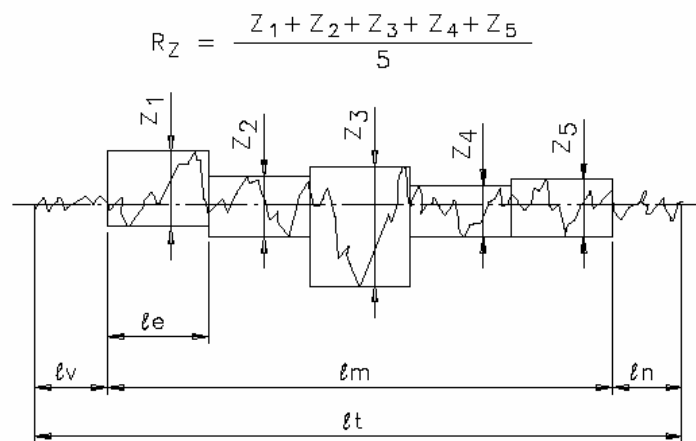
A rugosidade total  $R_t$  é outro parâmetro de rugosidade, definido como sendo: distância vertical entre o pico mais alto e o vale mais profundo no comprimento de avaliação ( $\ell_m$ ), independentemente dos valores de rugosidade parcial ( $Z_i$ ).<sup>(92)</sup>



**Figura 16** – Rugosidade  $R_t$  . Distância entre o pico mais alto e vale mais fundo

E finalmente a rugosidade média  $R_z$  definida como :média aritmética dos cinco valores de rugosidade parcial ( $Z_i$ ). Rugosidade parcial ( $Z_i$ ) é a soma dos valores absolutos

das ordenadas dos pontos de maior afastamento, acima e abaixo da linha média, existentes no comprimento de amostragem (*cut-off*). Na representação gráfica do perfil, esse valor corresponde à altura entre os pontos máximo e mínimo do perfil, no comprimento de amostragem (*le*). Ver Figura a seguir.<sup>(92)</sup>



**Figura 17** – Rugosidade parcial  $Z_e$  para definir  $R_z$

### **3 . METODOLOGIA**

#### **3.1 Materiais**

O material utilizado neste estudo é placa de titânio comercialmente puro grau I, utilizada como substrato para ser revestido por titânio em pó através de aspersão térmica a plasma , com objetivo de modificar as características biofuncionais da placa.

Como revestimento foi utilizado o pó de titânio 99,95% titânio (grau I).

O equipamento utilizado para efetuar a deposição do titânio é METCO TYPE 10 MB Heavy Duty Plasma Spray Gun com alimentação em forma de pó.

Na tabela IV é demonstrada a condição do experimento.

A caracterização da morfologia do revestimento de titânio comercialmente puro foi feita através da microscopia eletrônica de varredura e EDS, além disso ainda foram efetuadas medidas de difração de raio-x para a observação das fases presentes nestes materiais, medidas da rugosidade da superfície do implante, medidas do módulo elástico e da nanodureza.

**TABELA IV -** Condição do experimento

| CONDIÇÃO   | CP | DISTÂNCIA (mm) | PRÉ AQUECIMENTO (°C) |
|------------|----|----------------|----------------------|
| <b>I</b>   | 1  | 500            | -                    |
|            | 2  | 500            | -                    |
| <b>II</b>  | 3  | 100 – 500      | -                    |
|            | 4  | 100 – 500      | -                    |
| <b>III</b> | 5  | 500            | 150                  |
|            | 6  | 500            | 150                  |
| <b>IV</b>  | 7  | 100 – 500      | 150                  |
|            | 8  | 100 – 500      | 150                  |
| <b>V</b>   | 9  | 500            | 200                  |
|            | 10 | 500            | 200                  |
| <b>VI</b>  | 11 | 100 – 500      | 250                  |
|            | 12 | 100– 500       | 250                  |



## **3.2. Métodos**

### **3.2.1. Preparação das amostras**

As amostras de titânio comercialmente puro foram cortadas pelo processo eletro-erosão na dimensão de 25 mm de diâmetro e 4 mm de espessura. No total foram preparados 12 corpos de prova.

As amostras foram submetidas à jateamento abrasivo com óxido de alumínio branco para garantir limpeza e aderência necessária do revestimento ao substrato e, além disso, desenhar a morfologia (perfil) da superfície do revestimento de titânio após a aspersão térmica através do processo de plasma spray.

As amostras foram pré-aquecidas com o objetivo de garantir uma boa adesão do substrato ao revestimento.

Após o pré-aquecimento as amostras foram submetidas à deposição do titânio por aspersão térmica a plasma na empresa Revesteel (Pinhais – Pr) conforme procedimento elaborado no LABATS/DEMEC/UFPR.

No processo de aspersão térmica, o deslocamento da tocha foi efetuado no sentido paralelo ao corpo de prova em um curso total de 300 mm. Foi efetuado um número mínimo de 04 passes e máximo de 08 passes. O pré aquecimento efetuado foi de 150°C, 200°C e 250°C.

Na tabela V encontram-se os parâmetros do procedimento de deposição:

**Tabela V – Parâmetros do procedimento de deposição**

|                                     | <b>Condição Nível I</b>   | <b>Condição Nível II</b>  |
|-------------------------------------|---------------------------|---------------------------|
| Bocal                               | Tipo 820 ( $\phi$ 1,2 mm) | Tipo 860 ( $\phi$ 1,6 mm) |
| Distância da tocha (mm)             | 100 – 500                 | 100 – 500                 |
| Gás plasma /proteção                | Ar / ar                   | Ar / ar                   |
| Corrente (A)                        | 300                       | 400                       |
| Potencial ( V)                      | 45                        | 45                        |
| Taxa de alimentação<br>(g/min)      | 40/50                     | 50/60                     |
| Velocidade de deposição<br>(cm/min) | 30                        | 30                        |

Após revestimento as amostras foram jateadas com esferas de vidro para eliminar impurezas do processo de deposição, eliminar os salpicos de fraca aderência, otimizar a rugosidade do revestimento e eliminar o filme de óxido formado após a deposição do titânio pelo processo plasma spray.

Após a deposição de titânio pelo processo plasma spray, foi preparado para cada condição de processamento amostras dos corpos de prova nas seguintes dimensões : 0,8 x 4,0 mm obtendo 03 amostras de cada corpo de prova .

A corrente, o potencial e a taxa de alimentação, são parâmetros que foram selecionados em função da granulometria do pó, temperatura de fusão e distância de aspersão e são informados pelo manual do equipamento (nível I ) e variados após testes preliminares ( nível II ) .

Neste procedimento foi adotado o deslocamento da tocha no sentido paralelo aos corpos de prova de 300 mm, para permitir com isso que durante a deposição toda a área de aplicação de revestimento fique abaixo da proteção do gás argônio.

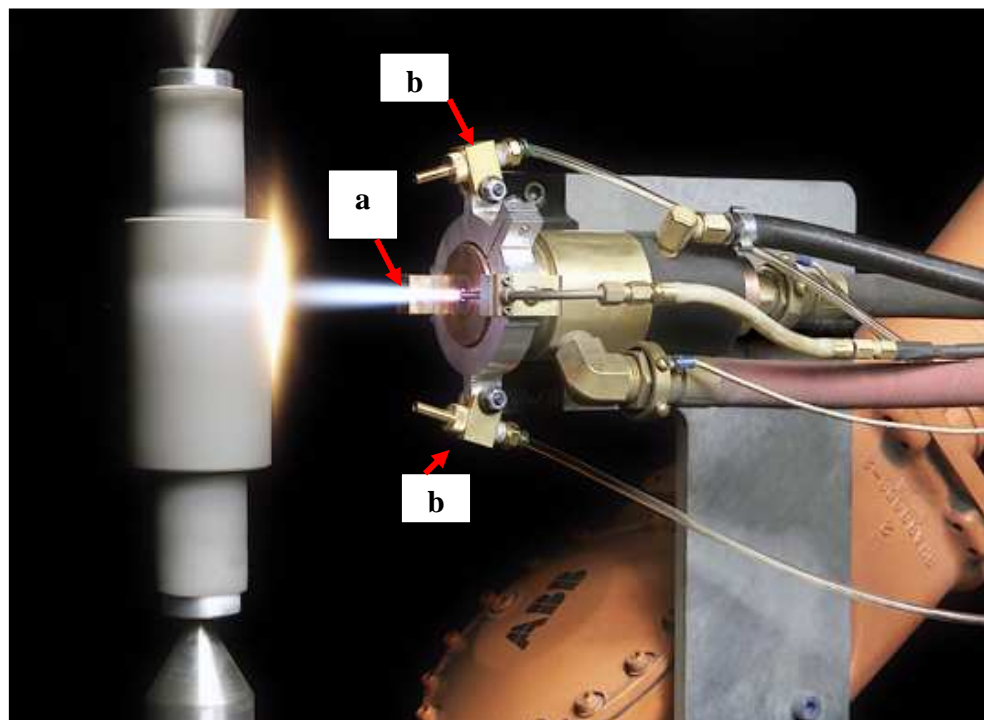
A variação entre 100 e 500 mm de distância da tocha/corpo de prova foi horizontal e em deslocamento paralelo iniciando em cada passe.

Na Figura 18 mostra a tocha do processo plasma spray, destacando-se [a] na ponta da tocha o plasma por onde é transferido o pó de titânio e, os bicos de resfriamento/proteção [b], onde usualmente é utilizado ar comprimido, nitrogênio ou argônio, para controlar o aquecimento das peças a serem revestidas. Em nosso caso foi utilizado argônio para assegurar que o titânio durante a fusão, transferência e deposição como revestimento seja mantido numa atmosfera inerte, até finalizar a aplicação do revestimento para deixar exposto o revestimento de titânio ao ar do meio ambiente. Esta exposição ocorre na faixa de 500 a 550 °C. Dando início então à fase de oxidação do titânio em atmosfera de ar a temperatura ambiente.

Tem-se sete fatores a serem estudados no processo plasma spray. Opta-se, então por selecionar um arranjo ortogonal padrão L8 dos arranjos propostos por G. Taguchi que permite a realização de oito experimentos com dois níveis cada um, tabela VI. Os níveis que serão utilizados encontram-se na tabela V correspondendo a valores afastados entre si. Sendo um deles os fornecidos pela Revesteel e o outro determinado após testes preliminares realizados no contexto desta pesquisa.

A metodologia de Taguchi utiliza a técnica de análise de variância em função das médias obtidas para o cálculo da ANOVA e da representação gráfica das tendências.

Uma das características da forma dos arranjos ortogonais de Taguchi é a de que os registros das colunas mais à esquerda mudam menos frequentemente do que os das colunas mais à direita ignorando o caráter aleatório. Quando esses arranjos são usados para planejar experimentos múltiplos fatoriais, o custo dos ensaios pode ser às vezes reduzido, associando-se as colunas mais à esquerda com os fatores de maior custo ou mais difíceis de variar.



**Figura 18 -** Processo plasma spray

Os fatores de controle e os níveis a serem testados são indicados nas tabelas apresentadas a seguir.

**Tabela VI.** Arranjos ortogonais padrão

| Arranjo<br>ortogonal | Número de<br>experimento | Máximo<br>n° fatores | Máximo número de colunas na matriz |          |          |          |
|----------------------|--------------------------|----------------------|------------------------------------|----------|----------|----------|
|                      |                          |                      | 2 níveis                           | 3 níveis | 4 níveis | 5 níveis |
|                      | s                        |                      |                                    |          |          |          |
| L <sub>4</sub>       | 4                        | 3                    | 3                                  | -        | -        | -        |
| L <sub>8</sub>       | 8                        | 7                    | 7                                  | -        | -        | -        |
| L <sub>9</sub>       | 9                        | 4                    | -                                  | 4        | -        | -        |
| L <sub>12</sub>      | 12                       | 11                   | 11                                 | -        | -        | -        |
| L <sub>16</sub>      | 16                       | 15                   | 15                                 | -        | -        | -        |
| L' <sub>16</sub>     | 16                       | 5                    | -                                  | -        | 5        | -        |
| L <sub>18</sub>      | 18                       | 8                    | 1                                  | 7        | -        | -        |
| L <sub>25</sub>      | 25                       | 6                    | -                                  | -        | -        | 6        |
| L <sub>27</sub>      | 27                       | 13                   | —                                  | 13       | —        | —        |
| L <sub>32</sub>      | 32                       | 31                   | 31                                 | —        | —        | —        |
| L' <sub>32</sub>     | 32                       | 10                   | 1                                  | —        | 9        | —        |
| L <sub>36</sub>      | 36                       | 23                   | 11                                 | 12       | —        | —        |
| L' <sub>36</sub>     | 36                       | 16                   | 3                                  | 13       | —        | —        |
| L <sub>50</sub>      | 50                       | 12                   | 1                                  | —        | —        | 11       |
| L <sub>54</sub>      | 54                       | 26                   | 1                                  | 25       | —        | —        |
| L <sub>64</sub>      | 64                       | 63                   | 63                                 | —        | —        | —        |
| L' <sub>64</sub>     | 64                       | 21                   | —                                  | —        | 2        | —        |
| L <sub>81</sub>      | 81                       | 40                   | —                                  | 40       | —        | —        |

**Tabela VII–** Matriz das condições experimentais

| Condição<br><br>AT/PS | Fatores de controle |                     |                     |          |           |                        |                       |
|-----------------------|---------------------|---------------------|---------------------|----------|-----------|------------------------|-----------------------|
|                       | Tipo                | Distância           | Gás                 | Corrente | Potencial | Taxa de                | Velocidade            |
|                       | Bocal               | tocha ao<br>cp (mm) | plasma<br>/proteção | (A)      | (V)       | alimentação<br>(g/min) | deposição<br>(cm/min) |
| PS1                   | 820                 | 500                 | ar/ar               | 300      | 45        | 40-50                  | 30                    |
| PS2                   | 820                 | 500.                | ar/ar               | 400      | 45        | 50-60                  | 30                    |
| PS3                   | 820                 | 100-500             | ar/ar               | 300      | 45        | 50-60                  | 30                    |
| PS4                   | 820                 | 100-500             | ar/ar               | 400      | 45        | 40-50                  | 30                    |
| PS5                   | 860                 | 500.                | ar/ar               | 300      | 45        | 40-50                  | 30                    |
| PS6                   | 860                 | 500.                | ar/ar               | 400      | 45        | 50-60                  | 30                    |
| PS7                   | 860                 | 100-500             | ar/ar               | 300      | 45        | 50-60                  | 30                    |
| PS8                   | 860                 | 100-500             | ar/ar               | 400      | 45        | 40-50                  | 30                    |

Todos os corpos de prova tiveram um dos lados revestidos e outro lado revestido e posteriormente jateado com esferas de vidro de 40 mesh ou 425  $\mu\text{m}$  de diâmetro médio, para eliminar as impurezas do processo de deposição, eliminar os salpicos de fraca aderência e otimizar a rugosidade do revestimento, espera-se que após o jateamento com esferas de vidro aumente a área superficial exposta. Além disso, este procedimento foi adotado também para eliminar a camada de óxido de titânio superficial formado após a aplicação do revestimento, filme de óxido que é formado instantaneamente ao ficar ao ar do meio ambiente na temperatura ambiente.

### 3.2.2. Técnicas de medição e testes

O pó de titânio foi caracterizado através de microscopia eletrônica de varredura – **MEV**, para tanto foi utilizado o **Foi utilizado o MEV Scaning Electron Microscopes Philips XL**, da UFPR.

Para análise da morfologia das superfícies revestidas foi utilizada a técnica de microscopia eletrônica de varredura.

Os elementos químicos presentes no revestimento foram detectados e quantificados através do EDS (**E**nergy **D**ispersive **S**pectroscopy).

A técnica de difratometria de raios X foi utilizada para verificar as fases presentes no material. As medições foram realizadas no equipamento do Laboratório de Óptica de Raios – X e Instrumentação da UFPR. Os difratogramas são do tipo  $\theta - 2\theta$  na geometria Bragg – Bretano. A radiação aplicada foi de Cu ( $K\alpha$ ) com comprimento de onda de  $1,54056\text{\AA}$ .

Para medida da rugosidade foi utilizado o rugosímetro Taylor Hobson, modelo Form Talysurf serie tipo 50i do Laboratório de Metrologia da PUC – PR. As amostras foram analisadas com apalpador esférico de diamante de  $2\mu\text{m}$  de raio e amplitude de ação de 1 mm, o curso de análise foi de 15 mm.

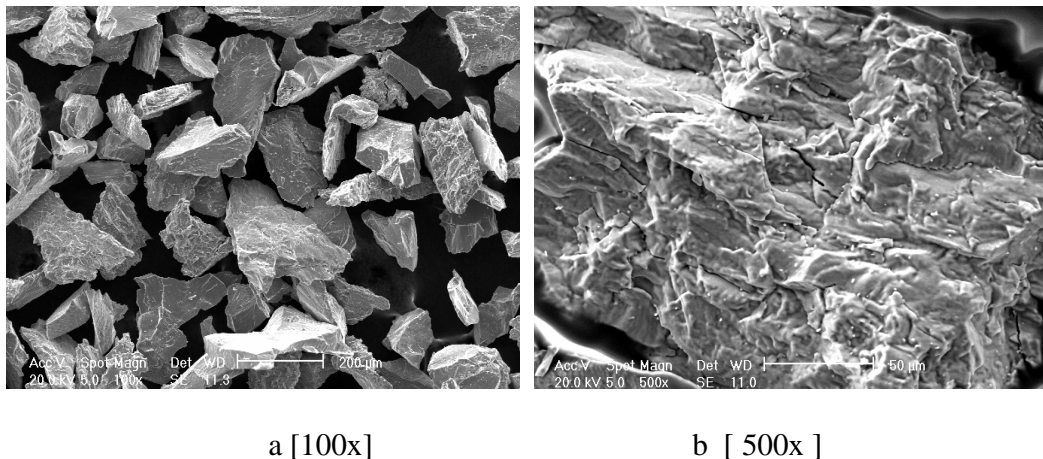
Através da técnica de nanoindentação instrumentada foi determinada a dureza e o módulo de elasticidade do titânio comercialmente puro pelo método Olivier & Pharr. O equipamento utilizado foi o Nano Indenter XP produzido pelo MTS do Laboratório de

Propriedades de Mecânica dos Sólidos da UFPR, foi utilizado uma ponta de Berkovich 3, carga máxima de 40g .

#### 4. Resultados e discussão dos resultados

##### 4.1.Caracterização do pó de titânio

Na Figura abaixo, tem-se a forma e características do pó de titânio utilizado na realização deste experimento:



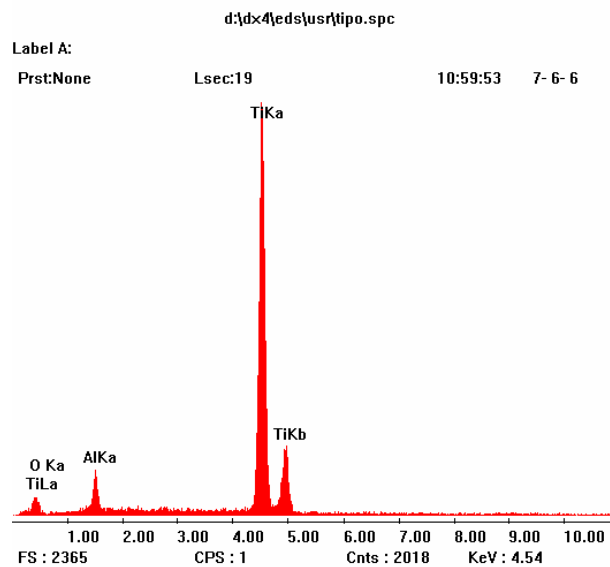
**Figura 19.** Morfologia do pó de titânio utilizado no experimento

Observa-se na Figura 19a que as partículas utilizadas apresentam forma angular com cantos vivos formando uma superfície típica do processo de moagem utilizado para fragmentar partículas maiores. Na Figura 19 b, observa-se com maior detalhe a superfície da partícula, é possível verificar a presença de trinca de pequeno e grande tamanho. A princípio as trincas não devem ter influência alguma no processo de revestimento, já com relação a morfologia das partículas, acredita-se que a mesma deve facilitar o aquecimento



do pó e fusão no plasma do processo plasma spray, no entanto, deve dificultar seu escoamento nos dutos de alimentação do pó até o plasma na tocha.

Na Figura 20 observam-se o espectro obtido no microscópio eletrônico de varredura (MEV) e na tabela X a quantidade dos constituintes presentes.



**Figura 20.** Espectro obtido no MEV do pó de titânio

**TABELA VIII -** Constituintes presentes nas partículas de titânio

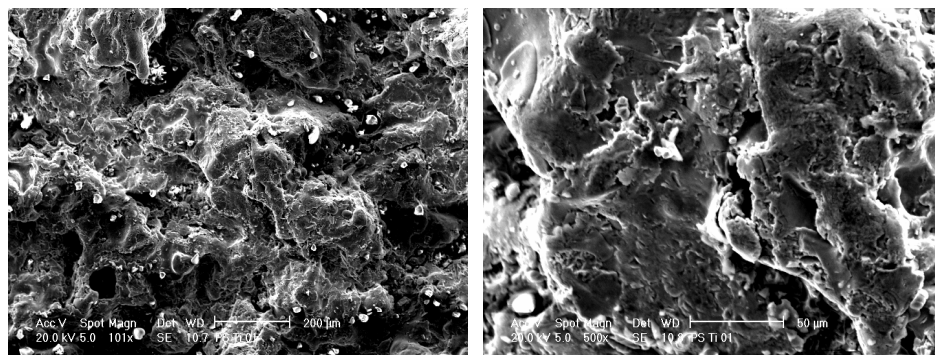
| ELEMENTO     | RAIO          | PESO %        | ATOMIC %      |
|--------------|---------------|---------------|---------------|
| O            | 0,0           | 0.0           | 0,00          |
| Al           | 0.026         | 5,520         | 9,640         |
| Ti           | 0.9740        | 94,480        | 90,360        |
| <i>Total</i> | <i>100,00</i> | <i>100,00</i> | <i>100,00</i> |

No gráfico da Figura 20 e na tabela VIII podemos observar a presença de alumínio como elemento contaminante do pó, o que caracteriza que o pó não está dentro dos requisitos da norma ASTM, 1998 (ver tabela I). No entanto o pó utilizado apresentava certificado de qualidade atestando ser pó de titânio grau I. Conforme EDS apresentado na Figura 20, e como observado na tabela VIII a presença de alumínio é um contaminante decorrente da falta de controle de qualidade na obtenção do pó. Embora estudos *in vivo* não demonstrem que a presença de alumínio possa prejudicar a osteointegração<sup>(104,105)</sup>, faz-se necessário melhor controle de qualidade na obtenção do pó a ser utilizado como revestimentos de implante tendo em vista que estudos relacionam o surgimento de problemas neurológicos associados a contaminação do organismo humano por alumínio.

#### **4.2.Caracterização micro estrutural do revestimento de titânio**

##### **4.2.1. Micrografias da superfície de revestimento de titânio depositado por PS**

A Figura 21 mostra a micrografia do titânio revestido pelo processo de aspersão térmica a plasma, com uma distância de 500 mm entre a pistola e o corpo de prova, tipo de bocal utilizado 820, corrente de 300 A, potencial de 45V, taxa de alimentação 45-50 g/min e velocidade de deposição de 30 cm/min. **Condição PS1** tabela VII.



a ( 100 x )

b ( 500 x )

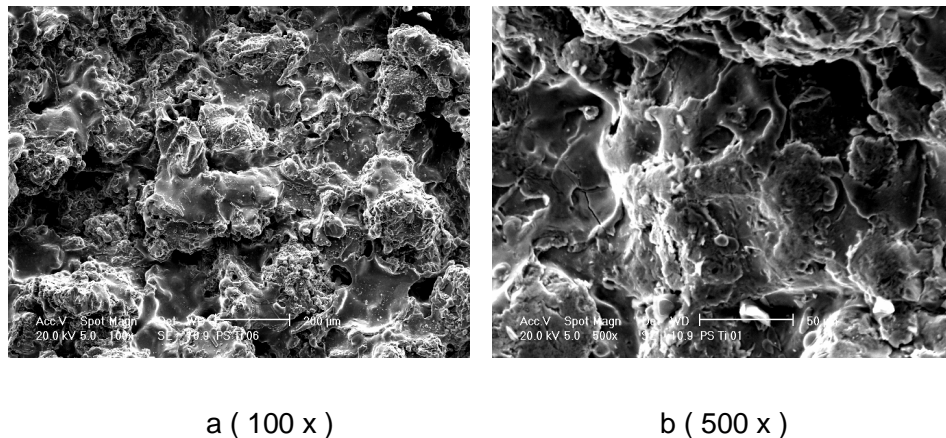
**Figura 21** Micrografias eletrônicas (MEV) do titânio comercialmente puro revestido com titânio comercialmente puro a distância de 500 mm a) aumento 100 x, b) aumento 500 x.

A Figura 21a mostra a micrografia onde é observado um revestimento no qual o pó de titânio ficou depositado na forma panqueca (splats) com pequenos fragmentos, poros, salpicos e morfologia irregular. Isto significa que o pó de titânio de forma angular e com cantos vivos atinge o substrato de titânio na forma líquida ou em estado pastoso, para que durante a etapa de transferência ocorra a solidificação e ao atingir o substrato de titânio adquira forma plana tipo panqueca. A Figura 21 b mostra a mesma região da Figura 21 a, mas com um aumento de 500 x, onde fica melhor evidenciada a morfologia superficial com porosidade interconectada, salpicos arredondados e salpicos alongados, fortemente aderidos.

A presença de pequenos fragmentos permite uma maior superfície exposta assim como os salpicos contribui também com o efeito de molhamento do sangue nesta superfície, o que deve otimizar o início do processo de osteointegração.

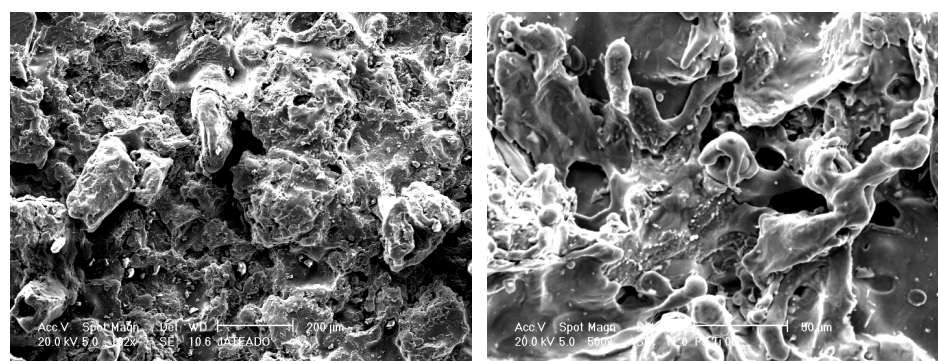
As superfícies obtidas e mostradas na Figura 21 são consideradas adequadas para serem utilizadas em uso biomédico por apresentarem rugosidade, poros e salpicos com morfologia irregular segundo **SILVA** <sup>(93)</sup>.

Na Figura 22 mostra as micrografias do titânio revestido com titânio comercialmente puro pelo processo de aspersão térmica a plasma, com uma distância de 500 mm entre a pistola e o corpo de prova, sem pré aquecimento, tipo de bocal utilizado 820, corrente de 400 A , potencial de 45V, taxa de alimentação 50-60 g/min e velocidade de deposição de 30 cm/min .**Condição PS2** tabela VII.



**Figura 22** Micrografias eletrônicas do titânio comercialmente puro revestido com titânio comercialmente puro a distância de 500 mm a) aumento 100 x , b) aumento 500 x.

Na Figura 23 tem-se as micrografias do titânio revestido com titânio pelo processo de aspersão térmica a plasma, com distância variando entre 100 e 500 mm entre a pistola e o corpo de prova, sem pré aquecimento tipo de bocal utilizado 820, corrente de 300 A , potencial de 45V, taxa de alimentação 50-60 g/min e velocidade de deposição de 30 cm/min. **Condição PS3** tabela VII



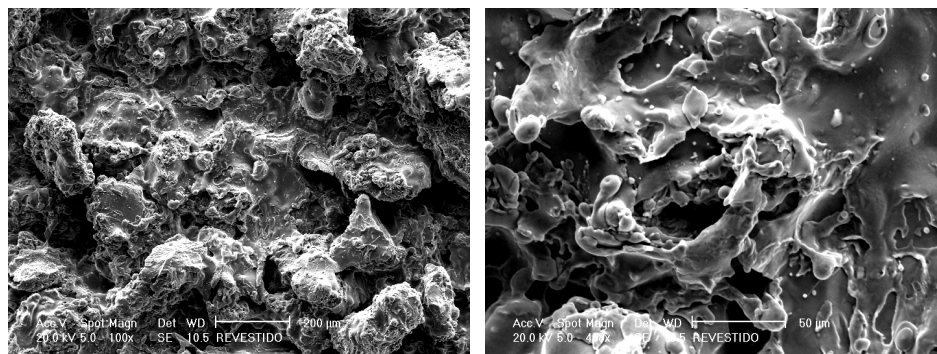
a ( 100 x)

b ( 500 x)

**Figura 23** Micrografias eletrônicas do titânio revestido com titânio distância variando entre 100 e 500 mm a) aumento 100 x , b) aumento 500 x

Na Figura 23 é possível observar uma superfície com elevada rugosidade, bastante porosa, com fragmentos e grandes vazios entre as partículas maiores.

Na Figura 24 mostra as micrografias do titânio revestido com titânio pelo processo de aspersão térmica a plasma, com distância variando entre 100 e 500 mm entre a pistola e o corpo de prova, tipo de bocal utilizado 820, corrente de 400 A , potencial de 45V , taxa de alimentação 40-50 g/min e velocidade de deposição de 30 cm/min. **Condição PS4** tabela VII.

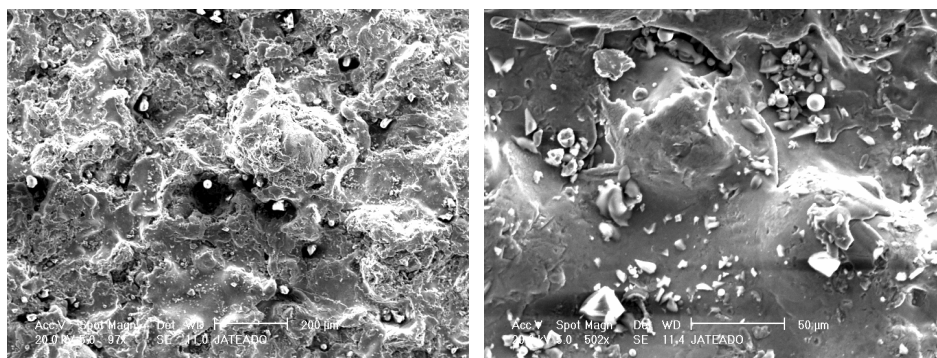


a ( 100 x )

b ( 500 x )

**Figura 24** Micrografias eletrônicas do titânio revestido com titânio distância variando entre 100 e 500 mm a) aumento 100 x , b) aumento 500 x

Na Figura 25 mostra as micrografias do titânio revestido com titânio pelo processo de aspersão térmica a plasma, com distância de 500 mm entre a pistola e o corpo de prova, tipo de bocal utilizado 860, corrente de 300 A, potencial de 45V, taxa de alimentação 40-50 g/min e velocidade de deposição de 30 cm/min. Condição PS5 Tabela VII.

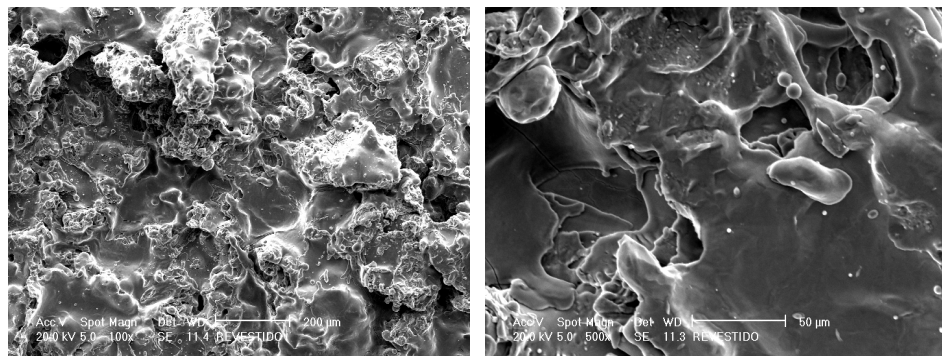


a ( 100 x )

b ( 500 x )

**Figura 25** Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância de 500 mma) aumento 100 x , b) aumento 500 x

Na Figura 26 mostra as micrografias do titânio revestido com titânio pelo processo de aspersão térmica a plasma, com distância de 500 mm entre a pistola e o corpo de prova, tipo de bocal utilizado 860, corrente de 400 A , potencial de 45V , taxa de alimentação 50-60 g/min e velocidade de deposição de 30 cm/min .Condição PS6 Tabela VII.



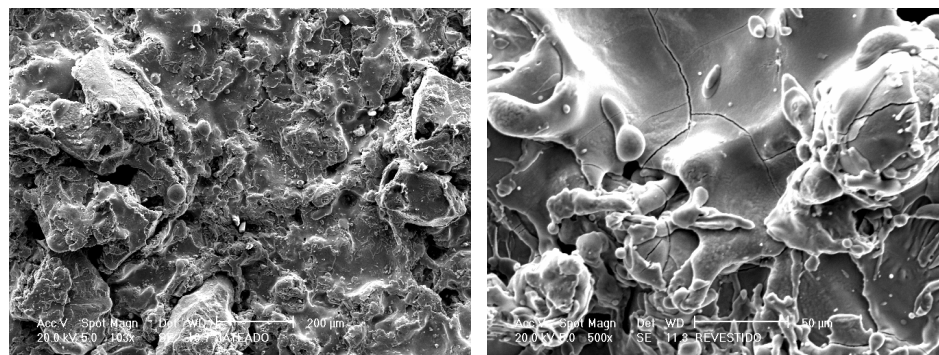
a ( 100 x)

b ( 500 x )

**Figura 26** Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância de 500 mm com pré aquecimento de 150°C a) aumento 100 x , b) aumento 500 x

Na Figura 27 mostra as micrografias do Ti cp revestido com Ti cp pelo processo de aspersão térmica a plasma, com distância variando entre 100 e 500 mm entre a pistola e o corpo de prova, tipo de bocal utilizado 860, corrente de 300 A , potencial de 45V , taxa de alimentação 50-60 g/min e velocidade de deposição de 30 cm/min.

Condição PS7 Tabela VII.

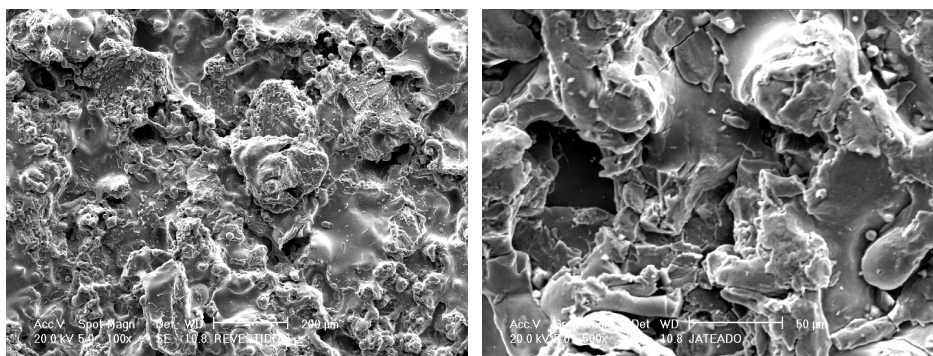


a ( 100 x )

b ( 500 x )

**Figura 27** Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância variando entre 100 e 500 mm a) aumento 100 x , b) aumento 500 x

Na Figura 28 mostra as micrografias do titânio revestido com titânio pelo processo de aspersão térmica a plasma, com distância variando entre 100 e 500 mm entre a pistola e o corpo de prova, tipo de bocal utilizado 860, corrente de 400 A , potencial de 45V , taxa de alimentação 40-50 g/min e velocidade de deposição de 30 cm/min **Condição PS8** Tabela VII.



a ( 100 x )

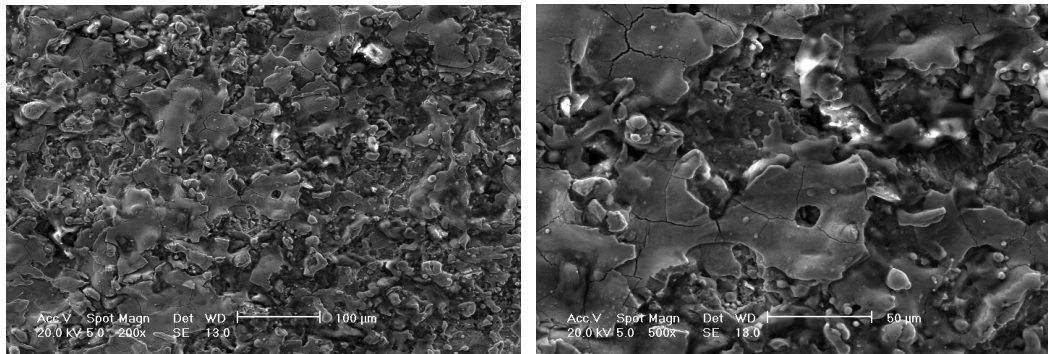
b ( 500 x )

**Figura 28** Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância variando entre 100 e 500 mm a) aumento 100 x , b) aumento 500 x

Na Figura 29 é possível verificar a micrografia do titânio revestido com titânio pelo processo de aspersão térmica a plasma na condição **PS1** da tabela VII, ou seja,



bocal tipo 820, distância da tocha ao corpo de prova de 500 mm, corrente de 300 A , potencial de 45V, taxa de alimentação de 45-50 g/min, velocidade de deposição de 30 cm/min sem pré aquecimento .

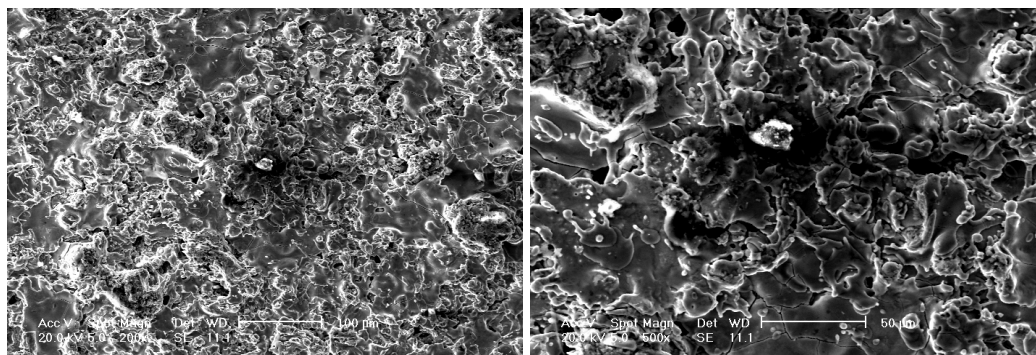


a ( 200 x )

b ( 500 x )

**Figura 29** Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância d 500 mm sem pré aquecimento a) aumento de 200 x b) aumento de 500 x .

Na Figura 30 é possível verificar a micrografia do titânio revestido com titânio pelo processo de aspersão térmica a plasma na condição **PS1** da tabela VII, ou seja, bocal tipo 820, distância da tocha ao corpo de prova de 500 mm , corrente de 300 A, potencial de 45V, taxa de alimentação de 45-50 g/min, velocidade de deposição de 30 cm/min com pré aquecimento de 200 °C.

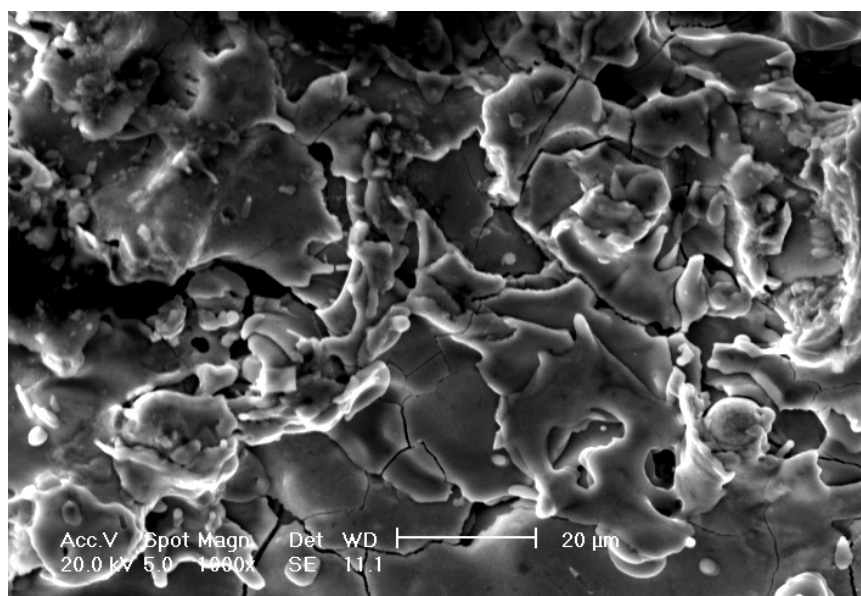


a ( 200 x )

b ( 500 x )

**Figura 30** Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância de 500 mm com pré aquecimento de 200 °C a) aumento de 200 x b) aumento de 500 x .

Na Figura 31 é possível verificar a micrografia do Ti cp revestido com Ti cp pelo processo de aspersão térmica a plasma na condição **PS1** da tabela VII, ou seja, bocal tipo 820, distância da tocha ao corpo de prova de 500 mm, corrente de 300 A, potencial de 45V, taxa de alimentação de 45-50 g/min, velocidade de deposição de 30 cm/min com pré aquecimento de 250 °C.



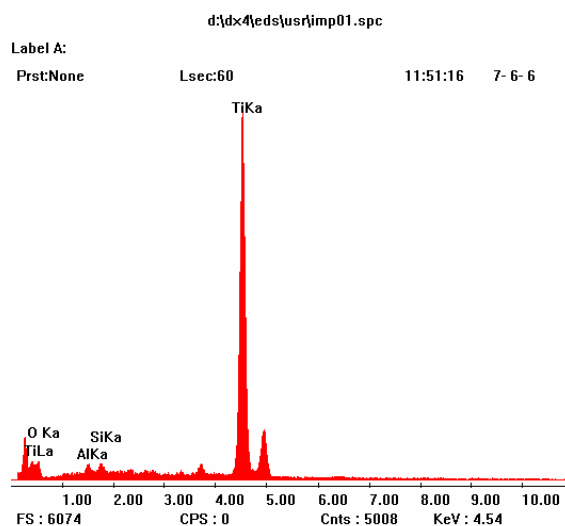
**Figura 31** Micrografias eletrônicas do Ti cp revestido com Ti cp distância de 500 mm com pré aquecimento de 250 °C aumento de 1000 x .

Observando as microestruturas das Figuras 21 até 31 pode-se comentar :

1. Para a distância de 500 mm a quantidade de poros e salpicos é uniforme e o tamanho das panquecas é regular.
2. Para as distâncias entre 100 e 500 mm a morfologia varia, formando uma superfície bastante irregular, com mais salpicos e variação do tamanho das panquecas.
3. A variação de corrente permite observar que quando muda de 300 para 400A aumenta levemente o tamanho das panquecas e salpicos.
4. Em relação a variação da taxa de alimentação, somente pode-se comentar que para as mesmas passadas aumenta a espessura do revestimento depositado.
5. Com relação ao efeito do pré aquecimento pode-se observar nas microestruturas que aumentando a temperatura a superfície do revestimento de titânio ficou mais homogênea e diminuiu a quantidade de salpicos.
6. As trincas apresentam característica de trinca produzida por efeito térmico que ocorre durante a aspersão térmica por plasma spray devido ao aquecimento do substrato pelo calor transferido pelo plasma, produzindo dilatação do substrato e durante a solidificação das partículas as diferenças de tensões produzem as trincas.

Nas Figuras 32 e 33 observa-se o espectro obtido no MEV e nas tabelas XI e XII a quantidade dos constituintes presentes para as condições de deposição PS1 e PS2 ( ver tabela VII).

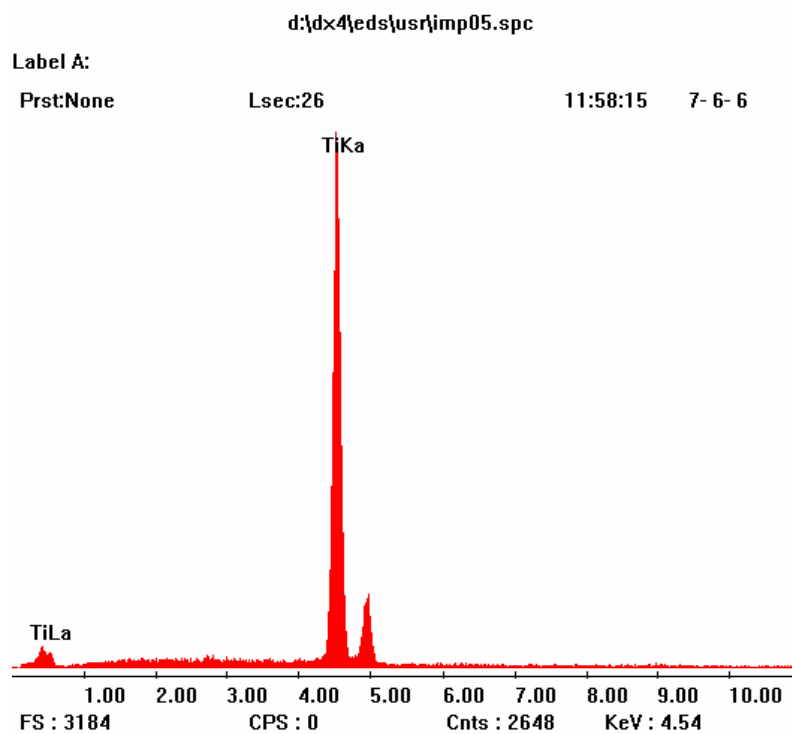
Na Figura 32 pode-se observar que a superfície do revestimento manteve como principal constituinte o Ti na forma de óxido de Ti e o alumínio na forma  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .



**Figura 32 – Espectro – PS1 (gráfico)**

**TABELA IX – Espectro – PS1 ( quantitativo )**

| Elemento | K Ratio | Peso % | Atomic % |
|----------|---------|--------|----------|
| O K      | 0,0121  | 12,053 | 28,725   |
| AlK      | 0,0068  | 1,21   | 1,71     |
| SiK      | 0,0071  | 0,933  | 1,267    |
| TiK      | 0,974   | 85,804 | 68,299   |
| Total    |         | 100    | 100      |



**Figura 33** Espectro – PS2 (Gráfico)

**TABELA X – Espectro – PS2 ( quantitativo )**

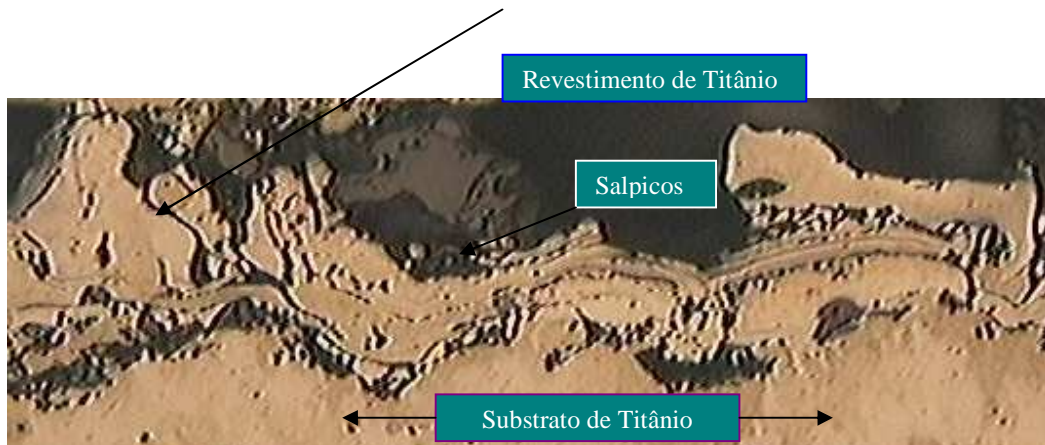
| Element | K Ratio | Weight<br>% | Atomic<br>% |
|---------|---------|-------------|-------------|
|         |         |             |             |
| TiK     | 1       | 100         | 100         |
| Total   |         | 100         | 100         |

Na Figura 33, observa-se somente o pico de Ti, isto é decorrente ao polimento efetuado no corpo de prova antes da observação por MEV.

Nas Figuras 34 a 37 observam-se cortes transversais do revestimento de Titânio bem aderido ao substrato de titânio, com porosidades e os salpicos formando parte do revestimento. Observa-se também que existem caminhos (ninhos de poros) contínuos e interconectadas, o que caracteriza um revestimento com morfologia adequada para facilitar o escoamento de fluxo sanguíneo, requisito importante para iniciar a osteointegração , osso – implante.



**Figura 34.** Corte transversal do revestimento de titânio depositado por aspersão térmica a plasma (100X). Condição **PS1** ( ver tabela IX)



**Figura 35.** Corte transversal do revestimento de titânio depositado por aspersão térmica a plasma (200X). Condição **PS4** ( ver tabela IX)



**Figura 36** Corte transversal do revestimento de titânio depositado por aspersão térmica a plasma (400X). Condição **PS1** ( ver tabela IX)



**Figura 37.** Corte transversal do revestimento de titânio depositado por aspersão térmica a plasma (500X). Condição **PS7** ( ver tabela IX)

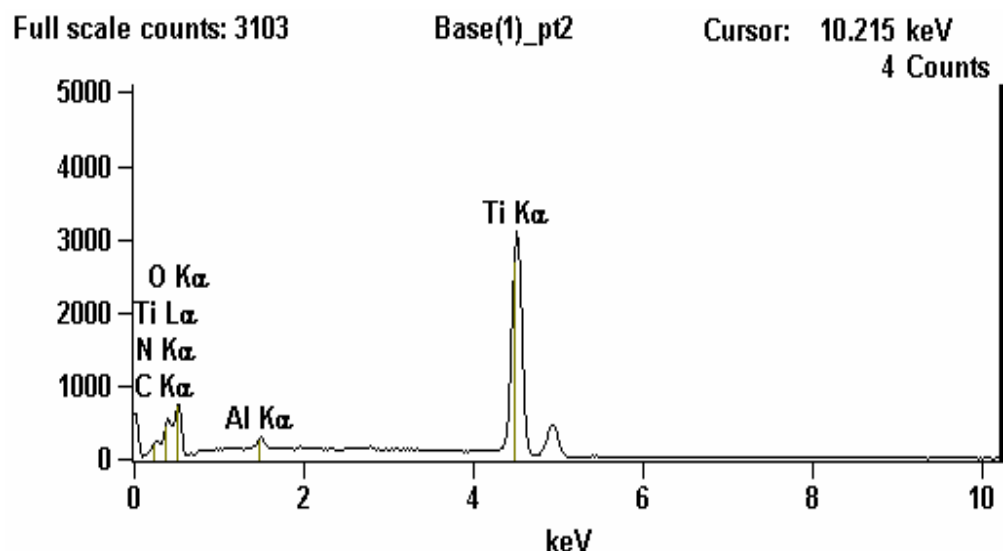
#### 4.2.2. Resultado do espectro obtido na superfície de titânio com o revestimento

A Figura 38 mostra o espectro de uma amostra de titânio revestido, sem pré-aquecimento e com uma distância fixa de 500mm entre a pistola e a amostra. Pode-se observar a presença de titânio e oxigênio, o que evidencia a presença de óxido, além da



presença dos outros elementos que são considerados contaminantes decorrentes do processo de deposição, o carbono, o nitrogênio e o alumínio. A presença do alumínio é justificada pela composição do pó com o qual foi feita a aspersão térmica. A presença de carbono e nitrogênio é atribuída ao ar. A presença do carbono também foi detectado em experimentos efetuados por **LAUSMAA**, et al.<sup>(94)</sup>, **KELLER**, et al.<sup>(95)</sup>, **KIPALDI**, et al.<sup>(96)</sup>, **JANUÁRIO**<sup>(97)</sup> e **YANG**<sup>(98)</sup>. Segundo as especificações da ASTM – F67 a presença de carbono não representa contaminação dos implantes de titânio. Estudos efetuados por **WALIVAARA**<sup>(99)</sup>, verificando a adsorção de proteínas na superfície do implante de titânio, não houve influência na adsorção protéica na presença de carbono como contaminante de superfície.

**TABORELLI**, et al.<sup>(100)</sup> estudando superfícies submetidas a ataque ácido, jato de areia e plasma spray de titânio identificou também a presença de carbono em todas as suas amostras, além de presença de silício e cálcio.

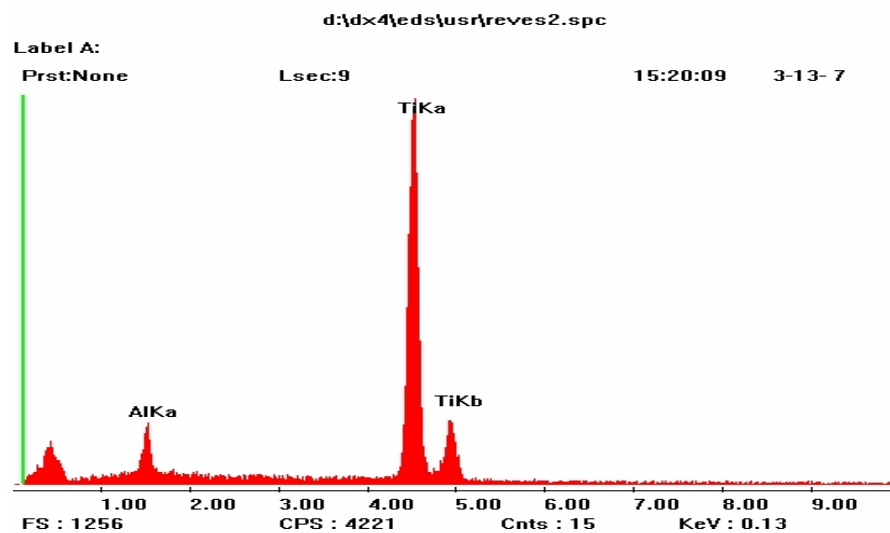


**Figura 38** - EDS de Ti cp revestido sem pré-aquecimento e com distância fixa de 500 mm



A presença de óxidos pode ocorrer porque a superfície revestida com titânio , após a deposição fica exposta ao ar do meio ambiente a elevada temperatura entre 450 – 550 °C o que facilitaria a formação de óxidos principalmente.

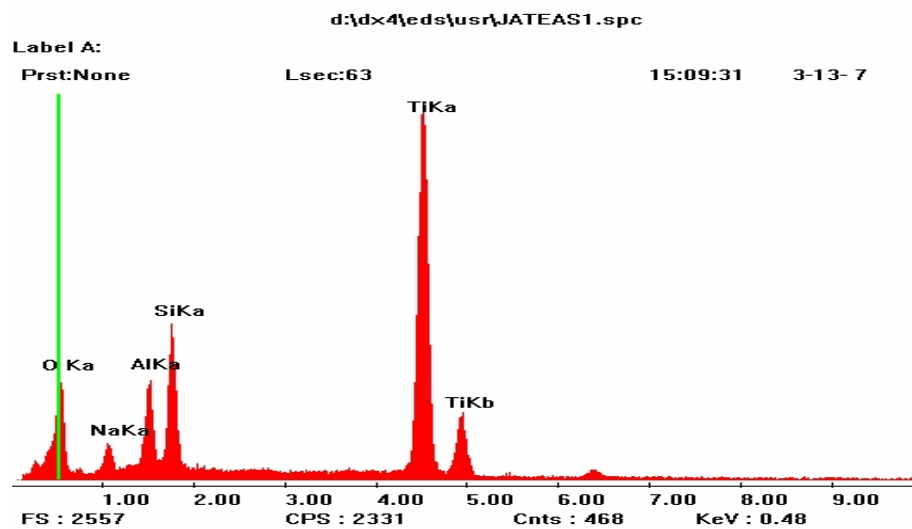
A Figura 39 mostra o espectro de uma amostra revestida sem pré-aquecimento com a distância entre a pistola e a amostra variando entre 100 e 500 mm. Onde observa-se somente a presença de titânio e alumínio, como na amostra anterior, o alumínio faz parte da composição do pó.



**Figura 39** – EDS de Ti cp revestido com Ti cp sem pré-aquecimento e com distância variando entre 100 e 500 mm

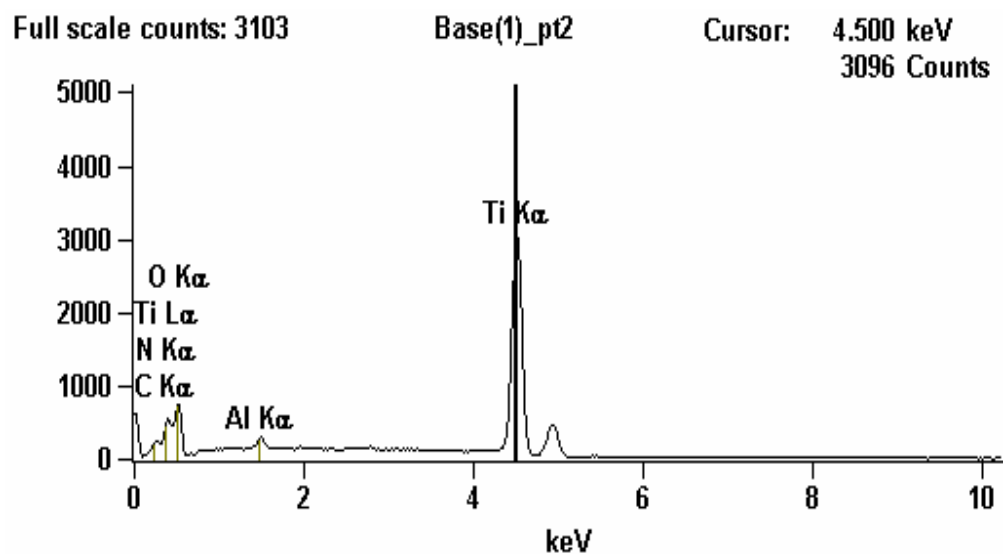
Na Figura 40 observa-se o EDS de uma amostra de titânio revestido com titânio a uma distância fixa de 500mm, com pré-aquecimento e posteriormente jateado com esferas de vidro. Fica evidenciada a presença de titânio e oxigênio, o que caracteriza a formação de óxido, assim como a presença de elementos contaminantes como o Na, o

silício e o alumínio. Em concordância com **SARDINHA** <sup>(101)</sup> a presença de silício pode ser atribuída ao jateamento efetuado com esferas de vidro no revestimento. O silício pode ser considerado um contaminante indesejado, pois estudos realizados por **KLAUBER**, et al. <sup>(102)</sup> mostraram que alguns silicatos podem ser um fator inicial de falhas em implantes.



**Figura 40** - EDS de Ti cp revestido com Ti cp com pré-aquecimento e com distância fixa de 500 mm.

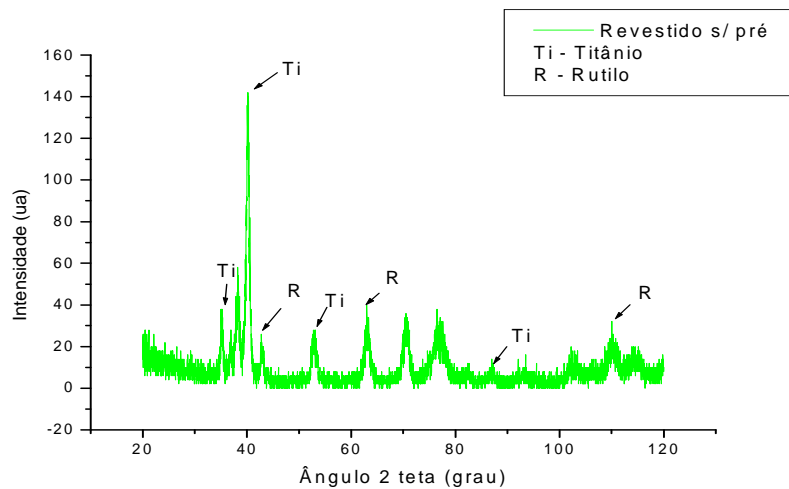
O EDS de uma amostra de Ti cp revestido com Ti cp com uma distância variando de 100 a 500 mm, entre a pistola e a amostra, com pré aquecimento e jateamento posterior, está representado na Figura 41. Onde observa-se a presença de titânio e oxigênio possibilitando a formação de óxido, assim como a presença do carbono, nitrogênio e alumínio que são considerados elementos contaminantes.



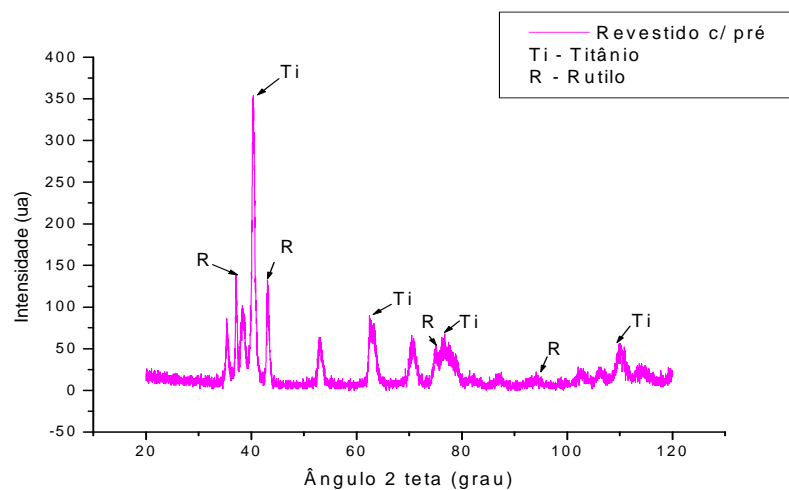
**Figura 41** - EDS de Ti cp revestido com Ti cp com pré-aquecimento e com distância variando entre 100 e 500 mm

#### 4.2.3. Difração de Raios-X

As Figuras 42 e 43 mostram as fases presentes no revestimento feito pelo processo de aspersão térmica a plasma com uma distância 500mm, entre a pistola e o corpo de prova, sem e com pré-aquecimento, respectivamente.

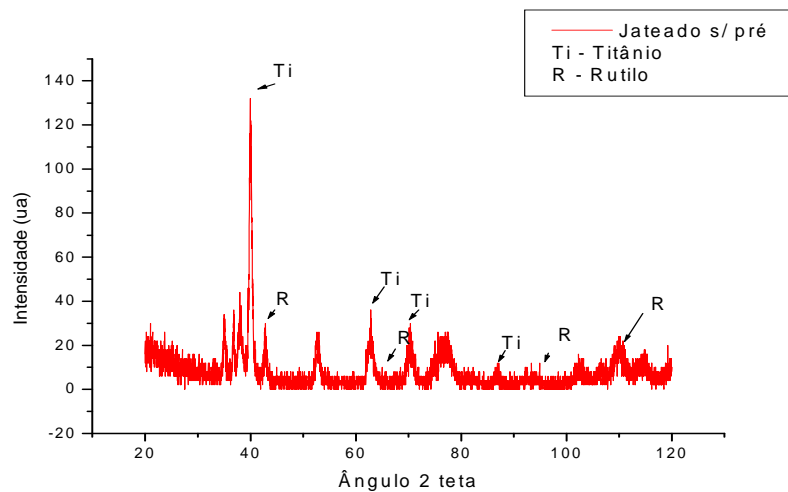


**Figura 42** - Fases presentes no Ti cp revestido com Ti cp sem pré aquecimento

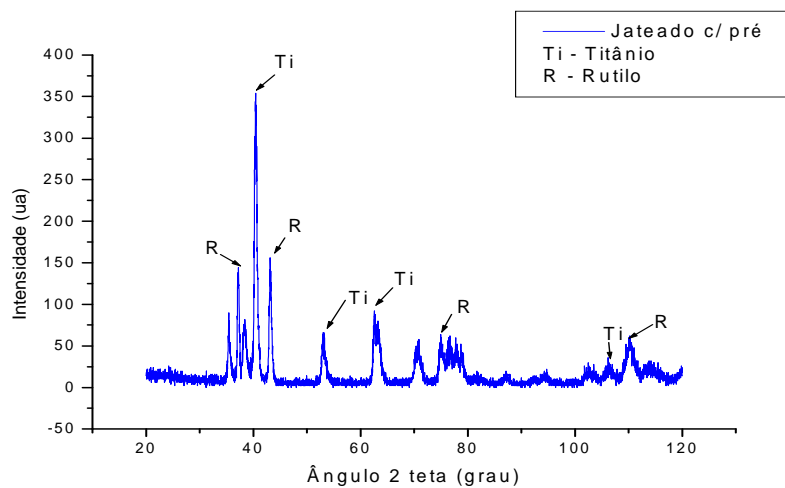


**Figura 43** - Fases presentes no Ti cp revestido com Ti cp com pré aquecimento

As Figuras 44 e 45 mostram as fases presentes no revestimento feito pelo processo de aspersão térmica a plasma com uma distância de 500mm, entre a pistola e o corpo de prova, sem e com pré-aquecimento, e jateamento posterior, respectivamente



**Figura 44** - Fases presentes no Ti cp revestido com Ti cp sem pré aquecimento e com jateamento posterior



**Figura 45** - Fases presentes no Ti cp revestido com Ti cp com pré aquecimento e jateamento posterior

As Figuras 42, 43, 44 e 45 mostram os difratogramas de raio-x do Ti cp revestido com Ti cp em todas as condições testadas, e em todas elas as fases evidenciadas foram a do titânio e a do óxido de titânio ( $\text{TiO}_2$ ). Os picos mais intensos em todos os difratogramas estão em torno de  $40^\circ$  e são referentes a fase do titânio. Os picos mais próximos a  $40^\circ$  são referentes ao óxido de titânio na fase de rutilo, a presença dessa fase pode significar grande habilidade de formação de apatita na superfície, segundo SANTOS Jr,(2005). O que torna a superfície apropriada para uso em biomateriais, uma vez que a ligação entre o implante e o organismo se dá pela formação de apatita.

#### **4.2.4.Medidas da Rugosidade**

O resultado das medidas de rugosidade  $R_a$ ,  $R_y$  e  $R_z$  ISO realizadas podem ser observados nas tabelas XIII, XIV e XV respectivamente.

As amostras 1, 2, 3 e 4 foram revestidas a uma distância fixa de 500mm. Somente as amostras 3 e 4 tiveram pré-aquecimento a  $150^\circ\text{C}$ , apenas as amostras 2 e 4 tiveram suas superfícies jateadas após o revestimento com esferas de vidro.

As amostras 5, 6, 7 e 8 foram revestidas com a distância variando entre 100 e 500 mm. Somente as amostras 7 e 8 tiveram pré-aquecimento a  $150^\circ\text{C}$ , apenas as amostras 6 e 8 tiveram suas superfícies jateadas após o revestimento com esferas de vidro.

**TABELA XI** - Resultados da medida Ra da rugosidade

| <b>Amostras</b>                        | <b>Ra Médio (<math>\mu\text{m}</math>)</b> |
|--|--|
| 1 [500 mm]                             | 30,66                                      |
| 2 [500 mm] + jateamento                | 32,34                                      |
| 3 [500 mm] + pré-aquecimento           | 31,55                                      |
| 4 [500 mm] + pré-aq. + jateamento      | 32,54                                      |
| 5 [100 e 500 mm]                       | 35,81                                      |
| 6 [100 e 500 mm] + jateamento          | 37,40                                      |
| 7 [100 e 500 mm] + pré-aq.             | 37,17                                      |
| 8 [100 e 500 mm] + pré-aq.+ jateamento | 39,51                                      |

A tabela XIII apresenta os dados da medida Ra de rugosidade. A medida Ra refere-se a valores absolutos das ordenadas de afastamento, sendo por este motivo a mais utilizada para comparação com outros trabalhos.

Dos resultados apresentados pode-se comentar que após o jateamento com esferas de vidro, mesmo que eliminando fragmentos e salpicos de fraca aderência, a rugosidade aumenta próximo de 10%, o que deve ser atribuído à microrugosidade obtida.

Segundo **BORSARI et al** <sup>(74)</sup> a rugosidade pode ser classificada como ultra alta para valores de  $Ra = 74 \mu\text{m}$ , alta para valores de  $Ra = 40 \mu\text{m}$  e média para valores de  $Ra = 18 \mu\text{m}$ .

Através dos dados coletados podemos observar que os valores da rugosidade aumentam para as amostras que tiveram o revestimento depositado com a distância variando entre 100 e 500 mm. Este aumento da rugosidade é decorrente da morfologia diferenciada das demais. Essa morfologia diferenciada se deve as diferentes camadas de revestimento, as que foram produzidas com uma distância menor (100 mm) tornam-se mais densas do que as que foram produzidas a uma distância maior ( 500 mm). Essas camadas estão dispostas de maneira alternada de modo que o desenho da morfologia tende a se repetir em todas as camadas.

**CUNHA** <sup>(106)</sup> estudando a avaliação do crescimento ósseo em implantes de titânio revestidos por plasma spray verificou que o aumento da rugosidade de superfície dos discos de titânio estudados aumentou a adesão do filme de titânio . Verificou também que todos os valores de tensão de adesão dos filmes aos implantes foram muito superiores aos verificados para a interface osso – implante .

Da mesma forma **ELIAS** <sup>(7)</sup>, et al., estudando a variação da osteointegração com a rugosidade dos implantes odontológicos concluiu que o aumento da rugosidade eleva a resistência da interface osso-implante , existindo uma rugosidade ótima que induz maior osteointegração.

É importante salientar, que, apesar dos inúmeros artigos publicados sobre a real contribuição da rugosidade no processo de osseointegração, este fator ainda não é muito bem compreendido , é sabido que o osso se deposita indistintamente em superfícies porosas ou lisas. A rugosidade portanto, não é condição necessária para que ocorra aposição óssea, entretanto, desempenha um papel preponderante no percentual de



aposição óssea sobre a superfície do implante, assim como na velocidade com que essa deposição ocorre <sup>(30)</sup>. De qualquer maneira ainda não está estabelecido qual a rugosidade ótima para que se inicie a osteointegração. Baseado nisso, é possível afirmar que, dos resultados experimentais deste estudo, a condição de deposição que gera uma superfície com maior rugosidade é a condição 8 da tabela XIII, porém não é possível afirmar que esta rugosidade otimizará o processo de osteointegração. A fim de se obter dados mais conclusivos, seria necessário o estudo *in vivo* de implante revestido com titânio nas condições apresentadas na tabela XIII.

A tabela XIV apresenta os valores da medida Ry da rugosidade, que corresponde a distância entre o pico mais alto e o vale mais profundo no comprimento de avaliação.

**TABELA XII - Resultados da média Ry da rugosidade**

| <b>Amostras</b>                        | <b>Ry<sub>Médio</sub> (μm)</b> |
|--|--------------------------------|
| 1 [500 mm]                             | 200,3                          |
| 2 [500 mm] + jateamento                | 201,44                         |
| 3 [500 mm] + pré-aquecimento           | 179,11                         |
| 4 [500 mm] + pré-aq. + jateamento      | 198,89                         |
| 5 [100 e 500 mm]                       | 219,80                         |
| 6 [100 e 500 mm] + jateamento          | 202,96                         |
| 7 [100 e 500 mm] + pré-aq.             | 205,62                         |
| 8 [100 e 500 mm] + pré-aq.+ jateamento | 229,74                         |

Os valores desta medida se apresentam distintos sem e com jateamento com esferas de vidro, mantendo a diferença na faixa de 10%. O que indica que houve uma mudança na morfologia deste revestimento após o jateamento com esferas de vidro. O que é satisfatório uma vez que a adesão das células ósseas se apresenta superior em superfícies mais rugosas melhorando assim a osteointegração, segundo SILVA *et al* <sup>(103)</sup>.

Na tabela XV observa-se os valores da medida Rz da rugosidade, que referem-se a média aritmética dos cinco valores da rugosidade parcial.

**TABELA XIII-** Resultados da medida Rz da rugosidade

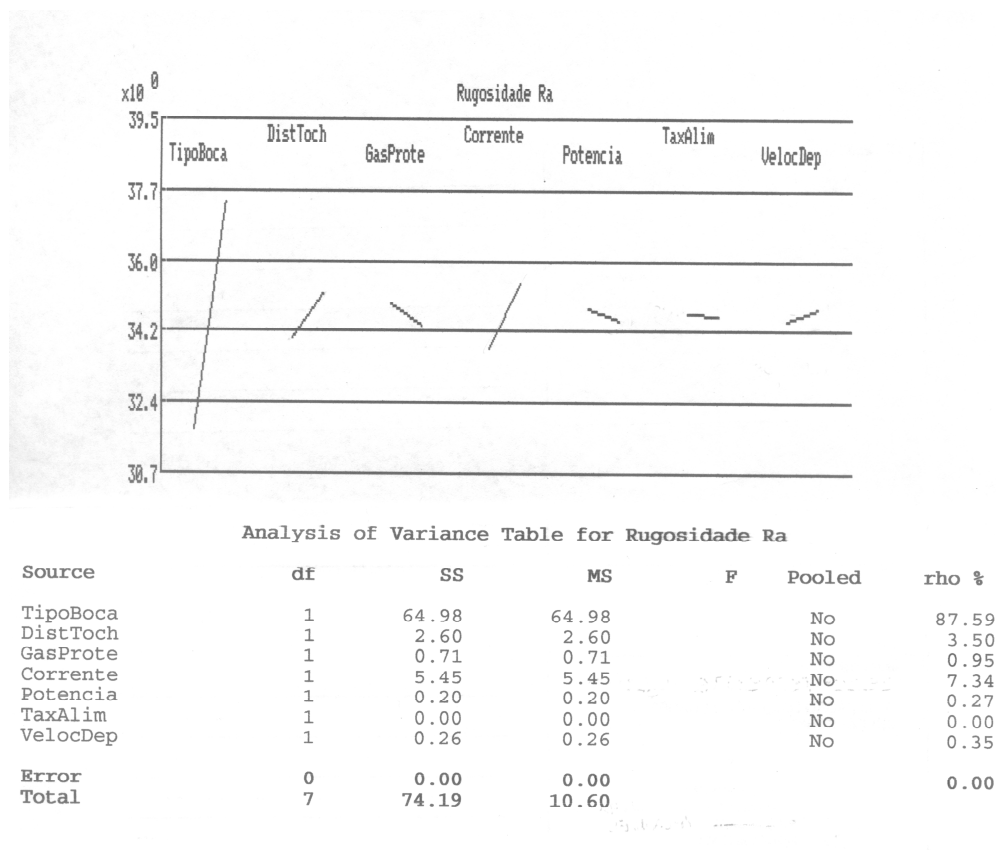
| <b>Amostra</b>                         | <b>Rz ISO<sub>Médio</sub></b> |
|--|-------------------------------|
| 1 [500 mm]                             | 171,42                        |
| 2 [500 mm] + jateamento                | 184,4                         |
| 3 [500 mm] + pré-aquecimento           | 167,04                        |
| 4 [500 mm] + pré-aq. + jateamento      | 166,31                        |
| 5 [100 e 500 mm]                       | 185,60                        |
| 6 [100 e 500 mm] + jateamento          | 181,56                        |
| 7 [100 e 500 mm] + pré-aq.             | 177,37                        |
| 8 [100 e 500 mm] + pré-aq.+ jateamento | 197,68                        |

Com as medidas Rz correspondem à altura entre os pontos máximo e mínimo do perfil, no comprimento de amostragem, a medida de rugosidade Rz pode-se ter uma visão geral da microrugosidade da amostra, e verifica-se que as amostra que foram revestidas

com distância variando entre 100 e 500 mm e após jateada, apresentam valores maiores do que as que foram revestidas com a distância fixa de 500 mm.

Da análise das medidas Ra, Ry e Rz é possível evidenciar que o efeito do jateamento posterior permite formar uma morfologia diferenciada e que o fato de eliminar fragmentos e salpicos de baixa aderência não diminui a rugosidade.

Com base nos resultados de medição da rugosidade (tabelas XI, XII e XIII) e utilizando a metodologia de Taguchi, observa-se através da Figura 46, o grau de influência das variáveis do processo deposição de titânio pelo processo plasma spray com os resultados da rugosidade.



**Figura 46** - Análise da influência das variáveis do processo aspersão térmica na rugosidade

Na coluna das ordenadas têm-se a rugosidade e, para cada parâmetro, uma reta indicando a sua influência . Quanto maior a reta , maior é a influência do parâmetro no fator de resposta ( rugosidade) . O ponto à esquerda de cada reta representa o nível 1 para cada parâmetro, e o ponto à direita o nível 2.

Através da Figura 46 pode-se observar claramente que o fator que tem a maior influência na rugosidade é o tipo de bocal utilizado para o processo de deposição seguido da corrente utilizada no processo , distância da tocha ao substrato e velocidade de deposição. Os fatores gás de proteção, potencial e taxa de alimentação contribuem de forma negativa na rugosidade superficial, ou seja, tendem a reduzir o nível de rugosidade.

Analisando cada um dos fatores separadamente, pode-se comentar:

O **Tipo de bocal** utilizado para efetuar a deposição do revestimento no substrato apresenta grande influência na rugosidade final da superfície depositada. Sendo que um bocal de diâmetro maior apresenta uma superfície final com maior rugosidade, isto se deve ao fato de que quanto maior o bocal da pistola maior será o volume de pó aspergido.

A **distância da tocha** ao substrato confirma a teoria apresentando maior rugosidade para distâncias maiores. Isso se deve ao fato de que aumentando a distância da tocha ao substrato têm-se um tempo de resfriamento maior para a partícula depositada. Quando a próxima partícula atingir o substrato a partícula anterior já apresentará solidificação formando assim uma superfície com elevado nível de rugosidade.

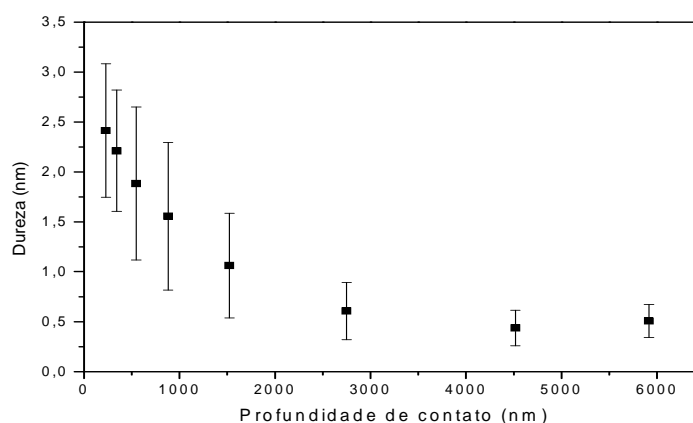
O **Gás de Proteção** , ao contrário dos fatores anteriores, apresenta uma influência negativa na rugosidade, isto é verificado pela inclinação da reta representada na Figura 46.

A **Corrente** , confirmando um resultado já esperado , aumentando a corrente obtém-se uma superfície com maior grau de rugosidade.

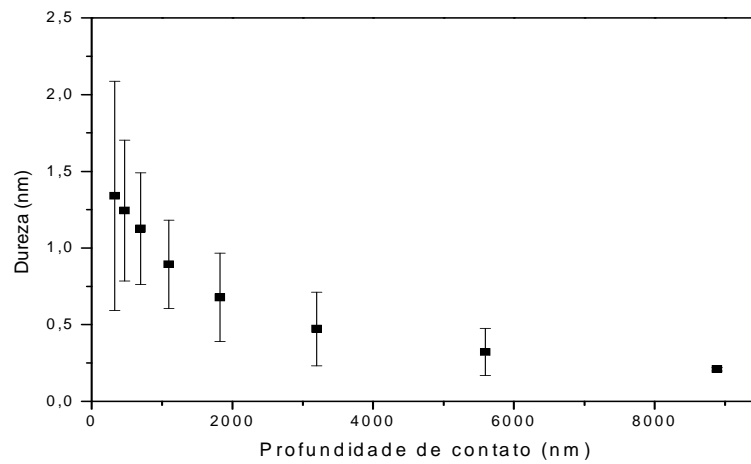
O **Potencial** , a **taxa de alimentação** e a **velocidade de deposição** são fatores que não apresentam grande influência na rugosidade da superfície. Observando a Figura 46 , verifica-se que os três fatores somados representam apenas 0,62% .

#### 4.2.5. Propriedades Mecânicas do Revestimento

As grandezas que se determinam com o teste de indentação instrumentada são a dureza e o módulo elástico. As Figuras 47 e 48 mostram os valores de dureza para os revestimentos feitos com titânio e distância variando entre 100 e 500mm e as Figuras 49 e 50 os valores dos módulos elásticos para as mesmas condições. Esses valores correspondem a média aritmética das indentações realizadas. Pode-se observar que a profundidade de contato para a face revestida e posteriormente jateada, Figura 47, é maior para a mesma carga aplicada do que para o revestimento que não sofreu jateamento posterior, Figura 48, resultando numa dureza maior para esse caso.

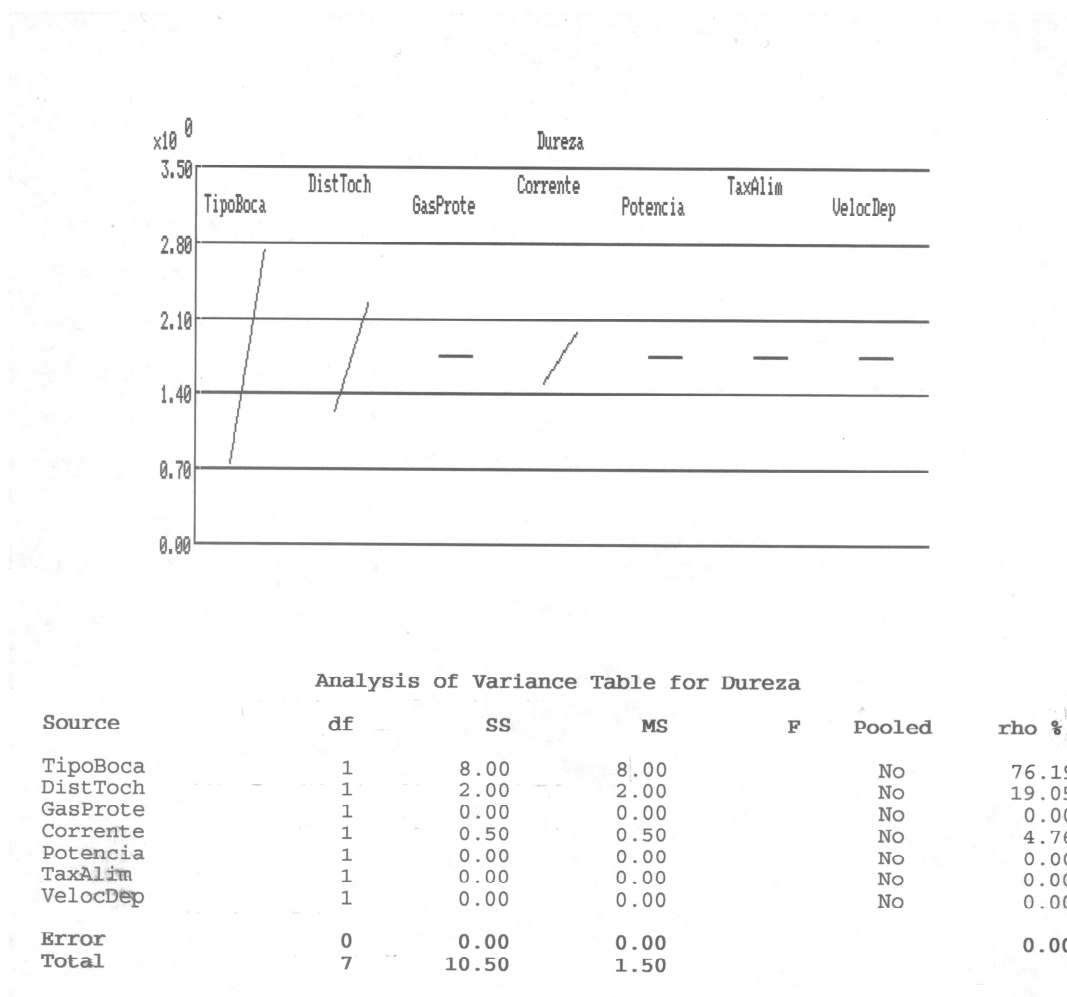


**Figura 47** - Valores de dureza em função da profundidade de contato para amostras de Ti cp revestidas com Ti cp e distância variando entre 100 e 500 mm



**Figura 48** - Valores de dureza em função da profundidade de contato para amostras de Ti cp revestidas com Ti cp, posteriormente jateada e distância variando entre 100 e 500 mm

Com o auxílio do software SADIE foi efetuada a análise de influência das variáveis do processo deposição de titânio pelo processo plasma spray com os resultados da dureza. Esta análise é demonstrada na Figura 49.



**Figura 49** - Análise da influência das variáveis do processo aspersão térmica na dureza.

Analisando cada um dos fatores em separado, é possível afirmar :

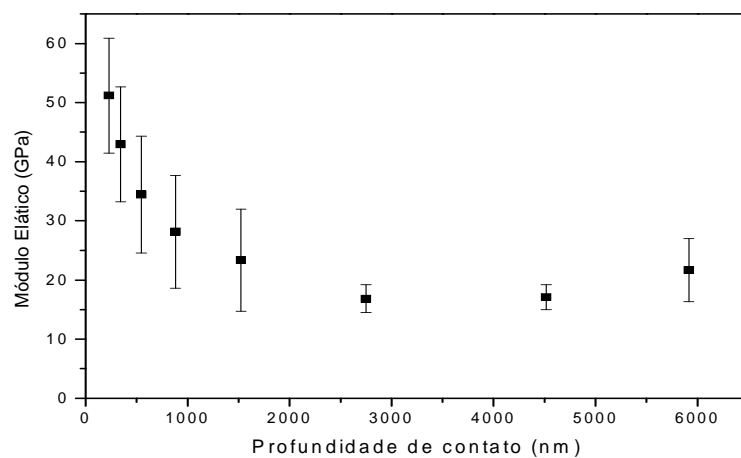
O **Tipo de Bocal**, apresenta uma contribuição de 76,19% na dureza do revestimento. Isso se deve ao fato de que quanto maior o diâmetro do bocal maior quantidade de material poderá ser aspergido .

A **Distância da Tocha** ao substrato contribui com 19,05% na dureza do revestimento.

A **Corrente** contribui com pequena porcentagem, apenas 4,76% na dureza do revestimento .

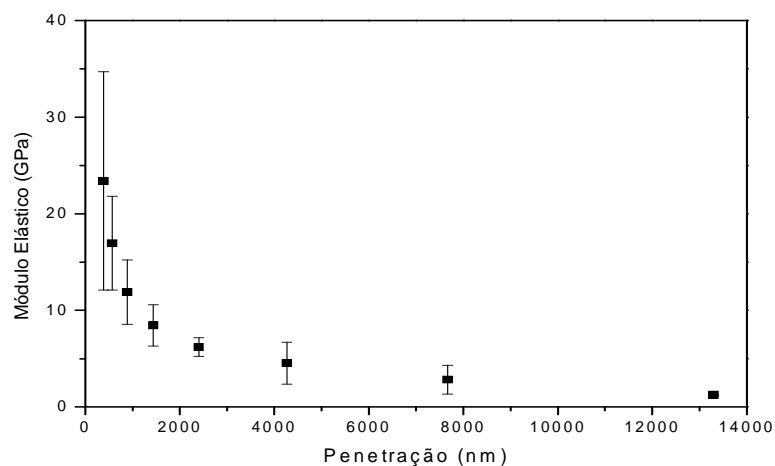
Os demais fatores, gás de proteção, potencial, taxa de alimentação e velocidade de deposição, não apresentam influência na propriedade dureza .

Outra característica mecânica que pode ser analisada pela nanoindentação é o módulo de elasticidade. O módulo de elasticidade determina a resistência de um material à deformação elástica. Quanto maior for o módulo de elasticidade menor é a deformação elástica do material numa determinada tensão. As Figuras 50 e 51 mostram o comportamento do módulo de elasticidade em relação à profundidade de contato obtido para amostras de Ti cp revestidos com Ti cp com a distância variando entre 100 e 500 mm. A Figura 50 se refere à face revestida e posteriormente jateada e a Figura 51 a face somente revestida.



**Figura 50** - Valores do módulo elástico em função da profundidade de contato para amostras de Ti cp revestidas com Ti cp posteriormente jateadas e com distância variando entre 100 e 500 mm.

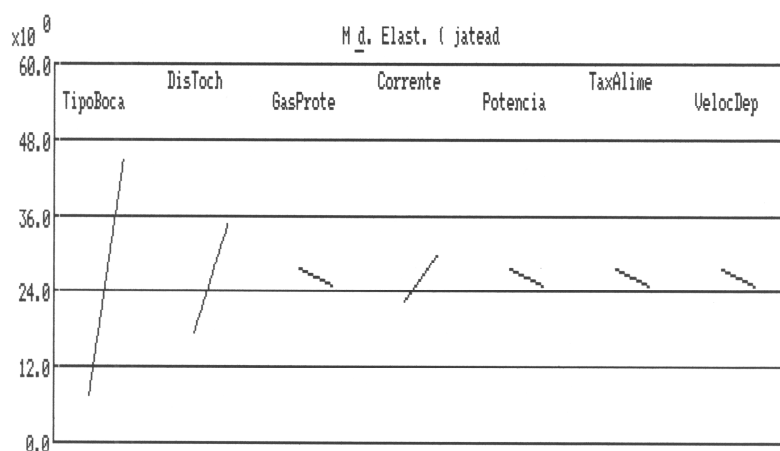




**Figura 51** - Valores do módulo elástico em função da profundidade de contato para amostras de Ti cp revestidas com Ti cp e com distância variando entre 100 e 500 mm

Com o auxílio do software SADIE foi efetuada a análise de influência das variáveis do processo deposição de titânio pelo processo plasma spray com os resultados do módulo de elasticidade. Esta análise é demonstrada na Figura 52.

| Analysis of Variance Table for Mód. Elast. ( jatead |    |         |         |   |        |       |
|---|----|---------|---------|---|--------|-------|
| Source  | df | SS      | MS      | F | Pooled | rho % |
| TipoBoca  | 1  | 2812.50 | 2812.50 |   | No     | 78.40 |
| DisToch   | 1  | 612.50  | 612.50  |   | No     | 17.07 |
| GasProte  | 1  | 12.50   | 12.50   |   | No     | 0.35  |
| Corrente  | 1  | 112.50  | 112.50  |   | No     | 3.14  |
| Potencia  | 1  | 12.50   | 12.50   |   | No     | 0.35  |
| TaxAlime  | 1  | 12.50   | 12.50   |   | No     | 0.35  |
| VelocDep  | 1  | 12.50   | 12.50   |   | No     | 0.35  |
| Error   | 0  | 0.00    | 0.00    |   |        | 0.00  |
| Total   | 7  | 3587.50 | 512.50  |   |        |       |



**Figura 52** - Análise da influência das variáveis do processo aspersão térmica no módulo de elasticidade

Analisando a Figura 52, verifica-se que o fator que apresenta maior influência no módulo de elasticidade é o **tipo de bocal** que contribui em 78,40% seguido pela **distância da tocha** ao substrato ( 17,07%) e a **corrente** ( 3,14%). A **taxa de alimentação** , a **velocidade de deposição** e o **potencial** apresentam uma pequena influência , contribuindo com 0,35% cada um dos fatores.

Em geral, os resultados mostram que o módulo de elasticidade das amostras revestidas são menores que o módulo do titânio comercialmente puro polido <sup>(78)</sup>, que esta em torno de 140 GPa, o módulo de elasticidade médio do osso é igual a 16,5 GPa, o da liga Ti 6Al 4V é igual a 105 GPa e do aço inoxidável é 316L é igual a 193 GPa <sup>(75,76,77)</sup>.

Devido a rugosidade e presença de poros os testes de indentação não são conclusivos sendo necessários novos testes com um maior quantidade

## 5. CONCLUSÃO

Em todas as condições de deposição definidas na tabela IX obteve-se uma superfície rugosa, com porosidade e salpicos acentuados, o que, segundo a literatura reduz o tempo de aposição óssea .

Com o aumento da temperatura de pré aquecimento tem-se uma superfície mais homogênea e com menor quantidade de salpicos. Essa redução na quantidade de salpicos não deve ter influência significativa no processo de osteointegração uma vez que a superfície ainda apresenta um nível de rugosidade elevado. O pré aquecimento melhora de forma significativa as condições de aderência do revestimento ao substrato .

Nas análises efetuadas através de raio - X evidencia-se a presença de titânio e óxido de titânio na fase rutilo o que propicia a formação de apatita na superfície segundo estudos já realizados a formação de apatita agiliza o tempo de osteointegração <sup>(78)</sup> .

Evidencia-se também que o jateamento com esferas de vidro promove aumento da rugosidade superficial em torno de 10%, bem como aumento da dureza da superfície.

Ainda com relação à rugosidade, devido a grande controvérsia existente, faz-se necessário estudos mais aprofundados a fim de verificar qual o nível de rugosidade ótima para reduzir o início da osteointegração. E também é possível concluir que é necessário controlar esta rugosidade porque, segundo estudos efetuados por **ELIAS**, et al. <sup>(108)</sup> as células necessitam de pontos de ancoragem na superfície do implante para iniciar a proliferação e garantir a biofixação. Se a superfície possuir rugosidade muito menor que

o tamanho da célula , poderá ocorrer ausência dos sítios de fixação. Por outro lado, se o implante possuir grande número de picos ou vales com superfícies lisas as células igualmente não poderão se fixar .

Não foi possível, com este trabalho, definir qual a condição ideal de deposição de titânio pelo processo plasma spray, para a obtenção de uma superfície que venha a otimizar o processo de osteointegração, para tal seria necessário efetuar experimentos *in vivo* . Porém foi possível estabelecer alguns parâmetros que resultam em uma superfície com maior grau de rugosidade. É possível concluir também que, apesar de ser um processo ( plasma spray) muito utilizado há vários anos, percebe-se que atualmente já existem alguns novos métodos de modificação de superfície que estão sendo estudados, porém com algumas limitações. A grande desvantagem deste processo estudado é que apresenta elevada dificuldade e a falta de controle do processo de deposição que pode vir a interferir na qualidade final do produto ( alto grau de contaminação).

## **6.Considerações finais**

### **6.1. Recomendações para trabalhos futuros**

- Efetuar estudo verificando a deposição , pelo processo aspersão térmica plasma sobre superfície de materiais como o aço inoxidável e material polimérico.
- Efetuar estudos *in vivo* com implantes revestidos com titânio pelo processo plasma adotando a condição de deposição 8 da tabela XIII deste estudo a fim de verificar se de fato este nível de rugosidade otimiza o processo de osteointegração ou não.
- Estudo da adesão do revestimento ao substrato.

## 7. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1)BRANEMARK, P.I., An introduction to osseointegration. In:BRANEMARK,P.I.;ZARB,G.; ALBREKTSSON,T. Osseointegration in clinical dentistry. Chicago:Quintessence, 1985, p.11-53.
- (2)GIAVARESI, G. et al.Mechanical and Histomorphometric evaluations of titanium implants with different surface treatments inserted in sheep cortical bone . Biomaterial v.24, p.1583-1594 ( 2003).
- (3)BINON, P.P.; Implants and components : entering the new millenium. Int. J.oral maxillofac implants, Lombard, 15:76-94 (2000).
- (4)PILLIAR, R.M, Porous surfaced endosseous dental implants : fixation by bone ingrowth.Univ.tor dent.J.21:1-33 (1988).
- (5)RUPP, F.; SCHEIDLER,L. ; OLSHANSKA,N. DE; WILD, M .; WIELAND,M.; GEIS-GESTORFER ,J. Enhancing surface free energy and hidrophilicity through chemical modification of microstructured titanium implant surfaces. Biomed Mater Res. A 76:323-34 (2006).
- (6)NAGEM,H . F.; FRANCISCONE , P. A. S.;CAMPI, L.J.; FARES, N.H.Influência da textura superficial dos implantes . revista Odonto Ciência . faculdade Odonto/PUCRS; v.22, n.55 (2007)
- (7)ELIAS, C. N.; LIMA,J.H.C.; MEIRELLES,L.A. .In simpósio matéria 2000/ notimat 2000 Rio de Janeiro. Anais de resumos e programação geral v.1. (2000).
- (8)AMARANTE, E.S; et.al. Otimização das superfícies dos implantes : plasma de titânio e jateamento com areia condicionado por ácido .Pesqui Odontol bras. 15(2) 166-173 ( 2001).

- (9)LIMA,J.H.C.; BARBOSA,E.P.; ELIAS,N.C.; GOMES,D.T. Tratamento e caracterização da superfície dos implantes osseointegrados . Disponível em [www.ibi.org.br](http://www.ibi.org.br)
- (10)SILVA, M.H.P. da , Apostila de Biomateriais. Disponível em : [http://200.19.182.147/Materiais/Arquivos\\_Biomateriais.html](http://200.19.182.147/Materiais/Arquivos_Biomateriais.html) ( consulta efetuada em 10/01/2007)
- (11)LENG, Y.X.; CHEN,J.Y.; WANG,J.; WANG,G.J.; SUN,H.; YANG,P.; HUANG,N. Comparative Propertiers of Titanium Oxide Biomaterials Grown by Pulsed Vacuum Arc Plasma deposition and by Unbalanced Magnetron Sputtering. Surface & Coatings technology . Avaiaible on-line at [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com) – 2005
- (12)KASEMO, B., LAUSMAA, J., Metal Selection and Surface Characteristics, In Branemark, P.; Zarb, G.A.; ALbrektsson, T., Tissue Integrated Prostheses: Osteointegration in Clinical Dentistry, Chicago, Quintessenz.
- (13)Rochas e minerais Industriais – CETEM 2005 . Disponível em [www.cetem.gov.br/publicacao/CTs](http://www.cetem.gov.br/publicacao/CTs).
- (14)JACHINOSKI, A.C.& SILVA, J. C. Formação de Ligas de Titânio. Seminário Disciplina de Formação de Ligas. Curitiba 2005 UFPR.
- (15)STEINEMANN,S.G. ; MAUSLI, P.A.; SZMUKLER,S.M. ; SEMLITSCH, M.; POHLER,O.; HINTERMANN,N.E.; PERRENS,S.M.  $\beta$  Titanium alloys for surgical implants, titanium.92,v.3,p.2689-2696 ( 1993).



- (16) SWEETNAM, D. Metals in orthopedic surgery. Disponível em :  
[www.orthopaedics.com](http://www.orthopaedics.com)
- (17) MELLO, G.M.R. ; LIMA, C.R.P. de ; CHAVES , R.R.; CARAM , R.  
Desenvolvimento de ligas de titânio do tipo  $\beta$  para aplicação em próteses totais de quadril. Jornadas SAM/CONAMET/Simpósio Matéria 2003 .
- (18) LONG, M.; RACH, H. J., Titanium alloys in total joint replacement - a materials science perspective; Biomaterials; v.19, p.1621-1639, 1998.
- (19) GEETHA, M.; SINGH, A.K.; GOGIA, A.K.; ASOKAMANI, R. Effect of thermomechanical processing on evolution of various phases in Ti-Nb-Zr alloys. Journal of Alloys and Compounds. v.384 p.131-144, 2004.
- (20) MANTANI, Y.; TAJIMA, M. Effect of ageing on internal friction and elastic modulus of Ti-Nb alloys. Materials Science and Engineering. A 442 p.409-413, 2006.
- (21) SCARANELO, C.M.V.M; CARAM, R. Desenvolvimento de ligas de Ti-Nb para uso em implantes ortopédicos. XIII Congresso Interno de Iniciação Científica da UNICAMP (2005).
- (22) OLIVEIRA, N.T.C.; GUASTALDI, A.C. Influência dos tratamentos termomecânicos no desenvolvimento de ligas de Ti-Mo para implantes ortopédicos. Disponível em:  
[www.cbecimat.com.br](http://www.cbecimat.com.br)
- (23) SILVA, S. N. ; RESENDE, C. M. ; ROCHA , H .A.; BRANCO, J. R. T. ; PEREIRA, M. M. Desenvolvimento de recobrimentos bioativos sobre ligas metálicas ( aço inoxidável 316L e titânio). Disponível em [www.unilestemg.br](http://www.unilestemg.br)

- (24) American Society for Testing and Materials – ASTM F 67 – 00 – standard Specification of Unalloyed Titanium, for Surgical Applications – West Conshohocken, 2000. 4f.
- (25) ALBREKTSSON, T.; BRANEMARK, P.I; HANSSON, H.A.; LINDSTROM, J.- Osseointegrated Titanium Implants. Acta Orthop, Scand, v52,n.2, p.155-170 – 1981.
- (26) BAIER, R.E.; MEYER, A.E; NATIELLA, J.R.; NATIELLA, R.R.; CARTES, J.M. Surface Properties Determining Bioadhesive Outcome: Methods and Results. J. Biomed. Mater. Res., v.18, n.4, p.337-355 – 1984.
- (27) HARTMAN, L.C.; MEENAGHAN, M.A.; SCHAAF, N.G.; HAWKER, P.B. Effects of Pretreatment Sterilization and Cleaning Methods on Materials Properties and Osseointegration of a Threaded Implant. Int. J. Oral Maxillofac. Implants, v.4, n.1, p.11-18, 1989.
- (28) AMEEN, A.P.; SHORT, R.D. ; JOHNS, R. ; SCHWACH, G. The Surface Analysis of Implant Materials. 1. The Surface Composition of a Titanium Dental Implant Material. Clin Oral Implants Res., v.4, n.3, p.144-150, 1993.
- (29) B. KASEMO, Surface Science. 500 (2002) 656
- (30) AMARANTE, E.S.; LIMA, L.A.de. Optimization of implant surfaces: titanium plasma spray and acid-etched sandblasting – current state. Pesq. Odontol. Bras. vol.15, n.2, p.166-173 São Paulo ( 2001)
- (31) RIBEIRO, F. V.; CASARIN, R. C. V.; NOCITI, F. H.; SALLUM, E. A.; SALLUM, A. W.; CASATI, M. Z. Effect of modified implants surface on bone healing: a histometric study in rats. [Periodontia](#); 16(2):42-49, jun. 2006. ilus, graf.

- (32)JOLY, J. C.; LIMA, A. F. M. de . Características da superfície e da fenda implante-intermediário em sistemas de dois e um estágios. J. Appl. Oral Sci. vol.11 no.2 Bauru April/June 2003.
- (33)LIM, Y. L.; OSHIDA,Y. ; ANDRES,C.J.; BARCO, M. T. Surface characterizations of variously treated titanium materials. Oral Maxillofacial Implants.v.16:333-42 (2001).
- (34)GEBRAN, M.P. ; WASSAL, T. Avaliação in vitro da adesão de osteoblastos sobre implantes osseointegráveis com superfície tratada ( titamax II) . Implant news.v4,n.1(2007) .
- (35)CARVALHO,P.S.P. de , JAEF, S.B. ; ROSSI,J.R. ; SANCHES, M.G.; BOSCO,A.F.System implants covered with titanium plasma spray. Rev.Assoc. Paul. Cir.Dent. 48(3):1331-4 (1994)
- (36)PAREDES, R.S.C. ; VAZ, A. P. ; SILVA, J.C. . Avaliação da influência da preparação da superfície de titânio utilizado para implantes odontológicos revestidos com titânio por aspersão térmica plasma spray . 17º Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais – Foz do Iguaçu (2006).
- (37)KARABUDA, C.; SANDALLI,P. ; YALCIN,S. Histologic and histomorphometric comparison of immediately placed hidroxyapatite – coated and titanium plasma sprayed implants:a pilot study in dogs. J. Oral Maxillofac Implants. 14(4):510-5 (1999)
- (38)TEIXEIRA, E.R. Superfícies dos implantes :o estágio atual . In : DINATO,J.C.Implantes osseointegrados : cirurgia e prótese. São Paulo . Artes Médicas p.63-80 (2004).

- (39)LIU,X. ; CHU, P. K. ; DING, C. Surface modification of titanium, titanium alloys, and related materials for biomedical applications . Materials Science and Engineering:r:Reports,v.27,n.3-4,p. 49-121 (2004).
- (40)FERNÁNDEZ, E; et al. Material in Dental Implantology. In : NATALI, A.N. Dental Biomechanics. Londres : Taylor & Francis , 2003 p69-87
- (41)NAGEM FILHO, H.; et.al. Influência da textura superficial dos implantes. Odonto Ciência v.22, n.5,p.82-86 (2007).
- (42)GUÉHENNEC,L.L.; et.al. Surface treatments of titanium dental implants for rapid osseointegration, Dental Materials ,v.23,n.7, p.844-854 (2006).
- (43)CHO, S.A. ; JUNG, S.K. A removal torque of the laser treated titanium implants in rabbit tibia Biomaterials ,v.24, n.26, p.4859-4863 (2003).
- (44)PAREDES, R. S. C. Aspersão Térmica. Apostila Curso Aspersão Térmica. UFPR, 1998. Curitiba. UFPR.
- (45)ABS – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE SOLDAGEM – Curso de Metalização , 36p, (1994)
- (46)MARQUES, P.V. Aspersão térmica. Disponível em [www.infosolda.com.br](http://www.infosolda.com.br) ( consulta efetuada em 03/10/2008)
- (47)ZAAT, J.H. A quarter of a century of plasma spraying. Annual Reviews Materials Science, vol.13, p.9-42 (2000)
- (48)GODOY, Y.C. ; SOUZA, E.A. ; SILVA, G. M. P. Tensões residuais em conjugados processados por aspersão térmica e tratados termicamente – Belo Horizonte. Revista Materiais (2007).
- (49)COUTO, L. C. de O. Aspersão térmica na construção metálica – ciência e arte . Congresso Latino Americano da Construção Metálica – São Paulo (2006)

- (50)PORTCROM – Revestimento industrial . Disponível em [www.portcrom.com.br](http://www.portcrom.com.br)
- (51)CINTI, S.M. História dos implantes : do sonho a realidade . RBO – v.55, n.5(1999)
- (52)BOBBIO, A. A evolução do implante . In:serson, D.Implantes Orais:teoria e prática. Artes Médicas. P.3-15 (1985).
- (53)CESCHIN, J.R. O implante na reabilitação bucal. Pamed Editorial . p.21-56 (1984)
- (54)ASM KANDBOOK. Material characteriation. Ninth Edition. 10:297-320;323-426, 1992 . In : RENZ, R.P. Avaliação da osteointegração e implantes de titânio submetidos a diferentes tratamentos de superfície.2007.111f.Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais ) Puc RS (2007).
- (55)SPIEKERMANN,H. Implantologia. Artes Médicas Sul. P.11-58 . Porto Alegre (2000)
- (56)Disponível em [www.biomateriais.com.br](http://www.biomateriais.com.br) ( em 10/08/2008)
- (57)HANAWA, T. Titanium and its oxide film a substrate for formation of apatite (1991) . In:RIGO,E.C.S. ; OLIVEIRA, L.C. ; SANTOS, L.A. Implantes metálicos recobertos com hidroxiapatita . Revista Brasileira de Engenharia Biomédica .v.15,n1-2,p.21-29 (1999)
- (58)MARIOLANI, J.R.L.; BELANGERO,W.D. ; ARRUDA,A.C.F.de. resposta interfacial provocada pelas interações biológicas e mecânicas entre material de implante e tecido receptor. Acta Ortopédica Brasileira. P.48-53 (1993)
- (59)PARK, J.B. ; LAKES, R. S.Biomaterials : An introduction,2 ed. New York .Plenum Plublishing Corporation ,1992. In: FONSECA, K.B. ; PEREIRA, H.H. ; SILVA, S.N. Avaliação de falhas em iplantes metálicos coxo-femoral e joelho retirados de pacientes . Revista Matéria, v.10, n.3 , p.472-480 (2005).

- (60) American Society for Testing and Materials – ASTM – 1997
- (61) FERNÁNDEZ, E; et al. Material in Dental Implantology. In : RENZ, R.P. Avaliação da osteointegração e implantes de titânio submetidos a diferentes tratamentos de superfície. 2007. 111f. Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais ) Puc RS (2007).
- (62) SITE INOVAÇÃO TECNOLÓGICA. Disponível em [www.inovacaotecnologica.com.br](http://www.inovacaotecnologica.com.br)
- (63) AZEVEDO, C.R.F. – Microestrutura do titânio e suas ligas para implantes cirúrgicos. Revista Metalurgia e Materiais Julho 2003
- (64) VAZ, A.P. , Morfologia dos Revestimentos de Titânio . Dissertação de Mestrado – UFPR – 2007.
- (65) ZHU, X., et al. Effects of topography and composition of titanium surface oxides on osteoblast responses. Biomaterials, v.25, n.1, p.4087-4103, 2004 . In : MACEDO. H. R. A. ; FONSECA, V. M. ; ALVES Jr, C. Influência da microestrutura do titânio na resposta celular de pré osteoblastos MC 3T3- E1. 21º Congresso Brasileiro de Engenharia Biomédica. P. 237-240
- (66) Adam Curtis and Chris Wilkinson . Biomaterials 18(1997) : 1573-83 . In : MACEDO. H. R. A. ; FONSECA, V. M. ; ALVES Jr, C. Influência da microestrutura do titânio na resposta celular de pré osteoblastos MC 3T3- E1. 21º Congresso Brasileiro de Engenharia Biomédica. P. 237-240
- (67) BOYAN, B.O ., et al. Biomaterials 17(1996):137 – 46 . In : MACEDO. H. R. A. ; FONSECA, V. M. ; ALVES Jr, C. Influência da microestrutura do titânio na

- resposta celular de pré osteoblastos MC 3T3-E1. 21º Congresso Brasileiro de Engenharia Biomédica. P. 237-240
- (68)MELO,A.L.V. Análise das propriedades de chapas de titânio ASTM grau 5 (Ti6Al4V) soldadas por laser Nd:YAG – Dissertação de mestrado . Instituto Militar de Engenharia. Rio de Janeiro .118fl (2007)
- (69)KAWAHARA, D.; et al. Surface Characterization of Radio Frequency Glow Discharged and Autoclaved Titanium Surface. Int. J. Oral Maxillofac. Implants,v.11, n.4, p 435-442 – 1996.
- (70)KASTEN, P.M., Quantitative Evaluation of Human Gingival Epithelial Cell Attachment to Implant Surfaces in Vitro, Int J. Periodont Rest Dent 10:69- 79 1970, in Carl E Misch, Contemporary Implant Dentistry p737.
- (71)SOARES, G.A. Fórum de Biotecnologia Biomateriais - Centro de Gestão e Estudos Estratégicos – Rio de Janeiro ,2005
- (72)PAREDES, R.S.C. Estudo de Revestimento de Alumínio Depositado por Três Processos de Aspersão Térmica para a Proteção do Aço Contra a Corrosão Marinha - . Tese de doutorado . Faculdade de Engenharia Mecânica . Universidade Federal de Santa Catarina. Florianópolis. 1998 .245p
- (73)BERNECKI, T.F. , Coatings for Aggressive Environments, Workshop by Northwestern University Basic Industries research laboratories, presentes at the ASM Material Congress, Indianápolis, 1989.
- (74)BORSARI, V, et al. Comparative in vitro study on a ultra – high roughness and dense titanium coating. Biomaterials . v.26, p.4948-4955 (2005).
- (75)CHISTENSEN, F. B. ; DALSTRA, M. ; SEJLING, F. ; OVERGAARD, S.; BUNGER, C. Titanium alloy enhances bone pedicle screw fixation : mechanical

and histomorphometrical results of titanium alloy versus stainless steel. Europe Spine Journal ,v.9,p.97-103 (2000).

(76)IM, G. ; SHIN, S.R. Treatment of femoral shaft fractures with a titanium intra medullary nail. Clinical orthopedics and related research .v.401,p.223-229.(2002).

(77)MATTER,P. ; BURCH,H.B. Clinical experience with titanium implants, especially with the limited contact dynamic compression plate system. Arch Orthop. Trauma Surgery.v.109,p.311-313 (1990).

(78)SANTOS , E,J, - Anodização de Titânio Comercialmente Puro para Aplicações Biomédicas – Dissertação de mestrado – UFRJ – 2005

(79)BENTO, C.A.S.Estudo da interface Ti6Al4V / TiO2 por Microscopia Eletrônica de Varredura – Dissertação de mestrado . Interunidades /USP. São Paulo. 2000.

(80)DELIGIANNI ,D. D. ; KATSALA, N. ;LADAS, S. ; SOTIROPOULOU, D.; AMEDEE,J. ; MISSIRLIS, Y.F. Effect of surface roughness of the titanium alloy Ti-6Al-4V on human bone marrow cell response and protein adsorption. Biomaterials, v.22,n.11,p.1241-1251 ,2001 . In: XAVIER, S.P.Caracterização e avaliação da biocompatibilidade do titânio submetido a diferentes tratamentos de superfície. Tese de doutorado . Faculdade de odontologia de Araçatuba – Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho . Araçatuba 2002 .116 p

(81)DAVIES, J.E. Mechanisms of endosseous integration. Int. J. Prosthodont. V.11, n.5, 1998. In :COUTINHO , M. P. Influência da morfologia da superfície na



molhabilidade do titânio comercialmente puro . Dissertação de mestrado . Instituto Militar de Engenharia . 84p (2007).

**(82)**CARVALHO, P.S.P. , PALECKIS, L. G. P.; MENDES, V. C. , BASSI, A.P.F.

Fundamentos da implantodontia .3i Innovations Journal,v.5,n.2,p.06-13 ,2001. In: COUTINHO , M. P. Influência da morfologia da superfície na molhabilidade do titânio comercialmente puro . Dissertação de mestrado . Instituto Militar de Engenharia . 84p (2007).

**(83)**CANÇADO,m. p. Contribuição para o estudo da análise da rugosidade de superfícies dos implantes orais de titânio e a sua capacidade de osteointegração. Dissertação de mestrado . Universidade São Paulo . 87p. (2001).

**(84)**LIMA, C.C.; TREVISAN, R. Aspersão térmica: fundamentos e aplicações . Artliber . São Paulo (2002).

**(85)**RENZ, R.P. Avaliação da osteointegração e implantes de titânio submetidos a diferentes tratamentos de superfície.2007.1111f.Dissertação (Mestrado em Engenharia e Tecnologia de Materiais ) Puc RS (2007).

**(86)**MALISKA, A.M. Apostila de Microscopia eletrônica de varredura . Universidade Federal de Santa Catarina.

**(87)**SENA,L. A. Deposição por eletroforese de hidroxiapatita sobre chapas de titânio com diferentes acabamentos superficiais. Dissertação de mestrado . COPPE/UFRJ. In: SANTOS Jr, E . Anodização de titânio comercialmente puro para aplicação biomédica. Dissertação de mestrado . COPPE/UFRJ (2005).

(88)WIELAND, M. , SITTIG, C. , BRUNETTE, D. M. , et al., Measurement and evaluation of chemical composition and topography of titanium implant surfaces. In: SANTOS Jr, E . Anodização de titânio comercialmente puro para aplicação biomédica. Dissertação de mestrado . COPPE/UFRJ (2005).

(89)Disponível em [www.sorocaba.unesp.br/gpm/indentação.htm](http://www.sorocaba.unesp.br/gpm/indentação.htm)

(90)Disponível em [www2.dbd.pucrio.br/pergamum/tesesabertas/0612047\\_08\\_cap\\_02.pdf](http://www2.dbd.pucrio.br/pergamum/tesesabertas/0612047_08_cap_02.pdf)

(91)Disponível em [http://profs.ccems.pt/PauloPortugal/CFQ/Fsica\\_Moderna/RaiosX.htm](http://profs.ccems.pt/PauloPortugal/CFQ/Fsica_Moderna/RaiosX.htm).

(92)Disponível em : [academicos.cefetmg.br/admin/downloads/2104/aula%20de%20](http://academicos.cefetmg.br/admin/downloads/2104/aula%20de%20)

#### Rugosidades

(93)SILVA, J.C.da . Estudo comparativo de superfícies de titânio utilizadas em implantes. Dissertação de mestrado . UFPR. (2006). 68p

(94)LAUSMAA, J. ; KASEMO, B. ; HANSSON,S. Accelerated oxide growth on titanium implants during autoclaving caused by fluorine contamination. Biomaterial , Stoneham, v.6,p.23-27 1985. In : SARDINHA, S. de C. S. Análise química e topográfica da superfície de implantes de titânio comercialmente puro através da espectroscopia de fotoelétrons excitada por Raios – X ( XPS ) e microscopia eletrônica de varredura ( MEV ). Dissertação de mestrado . Faculdade de Odontologia de Piracicaba . Universidade Estadual de Campinas. Piracicaba 2003 . 101p

(95)KELLER, J. C. , et al. Characterization of sterilized CP titanium implant surface . Int. J. Oral Maxillofac Implants, Lombard, v.5, n.4, p.360-367 , Winter , 1990 . In : SARDINHA, S. de C. S. Análise química e topográfica da superfície de implantes de titânio comercialmente puro através da espectroscopia de fotoelétrons excitada por Raios – X ( XPS ) e microscopia eletrônica de varredura ( MEV ).

Dissertação de mestrado . Faculdade de Odontologia de Piracicaba . Universidade Estadual de Campinas. Piracicaba 2003 . 101p

- (96) KILPADI, D. V. , et al. Effect of surface treatment on unalloyed titanium implants: spectroscopic analyses. J. Biomater Res., New York, v.40,p.646-659 1998 . In: SARDINHA, S. de C. S. Análise química e topográfica da superfície de implantes de titânio comercialmente puro através da espectroscopia de fotoelétrons excitada por Raios – X ( XPS ) e microscopia eletrônica de varredura ( MEV ). Dissertação de mestrado . Faculdade de Odontologia de Piracicaba . Universidade Estadual de Campinas. Piracicaba 2003 . 101p
- (97) JANUARIO, A. L . Avaliação da espessura e contaminantes da camada de óxido de titânio de diferentes marcas comerciais de implantes dentais osseointegráveis. Análise por espectrometria de fotoelétrons excitada por raios – X ( XPS ) . Tese de doutorado. Faculdade de Odontologia de Piracicaba . Universidade Estadual de Campinas. Piracicaba 2001 . 67 p. In: SARDINHA, S. de C. S. Análise química e topográfica da superfície de implantes de titânio comercialmente puro através da espectroscopia de fotoelétrons excitada por Raios – X ( XPS ) e microscopia eletrônica de varredura ( MEV ). Dissertação de mestrado . Faculdade de Odontologia de Piracicaba . Universidade Estadual de Campinas. Piracicaba 2003 . 101p.
- (98) YANG, Y.Z. , et al. Surface modification of titanium through amino implantation . J. Biomat. Mater Res. , New York, v.55, p 442- 444 . 2001 . In : SARDINHA, S. de C. S. Análise química e topográfica da superfície de implantes de titânio comercialmente puro através da espectroscopia de fotoelétrons excitada por

Raios – X ( XPS ) e microscopia eletrônica de varredura ( MEV ). Dissertação de mestrado . Faculdade de Odontologia de Piracicaba . Universidade Estadual de Campinas. Piracicaba 2003 . 101p.

**(99)** WALIVAARA, et al. Titanium with different oxides: in vitro studies of protein adsorption and contact activation . *Biomater* , Stoneham, v.15, n.10, p. 827-833. 1994 . In: SARDINHA, S. de C. S. Análise química e topográfica da superfície de implantes de titânio comercialmente puro através da espectroscopia de fotoelétrons excitada por Raios – X ( XPS ) e microscopia eletrônica de varredura ( MEV ). Dissertação de mestrado . Faculdade de Odontologia de Piracicaba . Universidade Estadual de Campinas. Piracicaba 2003 . 101p

**(100)** TABORELI, M. , et al. Influence of surface treatments developed for oral implants on the physical and biological properties of titanium : surface characterization. *Clin Oral Impl. Rev.*, v.8, p. 208- 216 . 1997 . In : SARDINHA, S. de C. S. Análise química e topográfica da superfície de implantes de titânio comercialmente puro através da espectroscopia de fotoelétrons excitada por Raios – X ( XPS ) e microscopia eletrônica de varredura ( MEV ). Dissertação de mestrado . Faculdade de Odontologia de Piracicaba . Universidade Estadual de Campinas. Piracicaba 2003 . 101p

**(101)** SARDINHA, S. de C. S. Análise química e topográfica da superfície de implantes de titânio comercialmente puro através da espectroscopia de fotoelétrons excitada por Raios – X ( XPS ) e microscopia eletrônica de varredura ( MEV ). Dissertação de mestrado . Faculdade de Odontologia de Piracicaba . Universidade Estadual de Campinas. Piracicaba 2003 . 101p

- (102)KLAUDER, C. , et al. Oxide thickness and surface contaminations of six endosseous dental implants determined by electron spectroscopy for chemical analysis. A preliminary report . Int J. Oral Maxillofac Implants,v.5, n.3, p.264-271. 1990.
- (103)SILVA, M.A.M., et al. Surface modification of titanium by plasma oxidation in hollow cathode discharge. Surface & Coating Technology 200, 2618-2626 (2006)
- (104)ESPOSITO, M. , HIRSCH, J.M. LEKHOLM, U. THOMSEN, P. Biological factores contributing to failures of osseointegrated oral implants (II) Etiopathogenesis. Eur J. Oral Sci. 1998 . 106:721-64 . In :ANDRADE Jr, A. C. C. ; MACHADO, W. A. S. ; FISCHER, R. G. Quantificação digital de alumina em superfícies de titânio rugosas variando o tamanho de detecção dos objetos. Revista Periodontia . vol. 17, n.1, 2007 ,p.100-104.
- (105)PIATELLI, A. ; DEGIDI, M. ; PAOLANTONIO, M. ;MANGANO, C. ; SCARANO, A. Residual aluminum oxide on the surface of titanium implants has no effect on osseointegration . Biomaterial , 2003, 24:4081-4089 . In : ANDRADE Jr, A. C. C. ; MACHADO, W. A. S. ; FISCHER, R. G. Quantificação digital de alumina em superfícies de titânio rugosas variando o tamanho de detecção dos objetos. Revista Periodontia . vol. 17, n.1, 2007 ,p.100-104.
- (106)CUNHA, A. A avaliação do crescimento ósseo em implantes de titânio revestidos por plasma – spraying com diferentes interfaces metal – filme . Dissertação de mestrado. PUC – RS 2008.
- (107)KAWAHARA, h. Cellular responses to implant materials biological , physical and chemical factors. In Dent. J. 33:350-375, 1985.

**(108)** ELIAS , C. N. ; LIMA, J. H. C.; PRADO, M. H. S. Importância da Superfície dos Implantes Osseointegráveis na Biofixação. Disponível em : [www.ibi.org.br](http://www.ibi.org.br)

## ANEXO 1 – Normas Técnicas

### Normas específicas sobre “*STENTS*” ou “*NON-ACTIVE CARDIOVASCULAR IMPLANTS*”

| Entidade | Número Norma      | Descrição  |
|----------|-------------------|--|
| ABNT     | NBR ISO 5840:1999 | Implantes cardiovasculares – Próteses de Válvulas Cardíacas<br>Implantes Cardiovasculares e Órgãos Artificiais –                                       |
|          | NBR ISO 7199:1998 | Oxigenadores de Sangue Extracorpóreos ( trocadores de Gás- Sangue)   |
|          | ISO 14630:2005    | Non-Active Surgical Implants – General Requirements  |
|          | ISO/TS 15539:2000 | Cardiovascular Implants – Endovascular Prostheses  |
| ISO      | ISO 25539-1:2003  | Cardiovascular Implants – Endovascular Devices – Part 1: Endovascular Prostheses   |
|          | ISO/CD 25539-2    | Cardiovascular Implants – Endovascular Devices – Part 2 Vascular Stents  |
|          | F2394-04          | Standard Guide for Measuring Securement of Ballon expandable Stent Mounted on Delivery System  |
| ASTM     | F2081-01          | Standard Guide for Characterization and Presentation of the Dimensional Attributes of Vascular Stents  |
|          | F2129-01          | Standard Teste Method of Conducing Cyclic Potentiodynamic Polarization measurements to Determine the Corrosion Susceptibility of Small Implant Devices |
|          | WK4370            | Standard Test method for InVitro Pulsatile Durability Testing of Vascular Stents   |

## Normas ABNT – *PRÓTESES TOTAIS DE QUADRIL*

| Entidade | Número Norma               | Descrição  |
|----------|----------------------------|--|
| ABNT     |                            | Implantes para Cirurgia – Componentes Femoral e Tibial para  |
|          | <b>NBR ISO 7207-1:1999</b> | Próteses Parcial e Total de articulação de Joelho – Parte 1 :<br>Classificação e Designação de Dimensões   |
|          |                            | Implantes para Cirurgia – Componentes Femoral e Tibial para  |
|          | <b>NBR ISO 7207-2:2000</b> | Próteses Parcial e Total de articulação de Joelho – Parte 2 :<br>Superfícies de Articulação Feitas de Materiais Metálicos,<br>Cerâmicos e Plásticos. |
|          | <b>NBR ISO 8828:1997</b>   | Implantes para Cirurgia – Orientações sobre Cuidado e<br>Manuseio de Implantes Ortopédicos.  |
|          | <b>NBR 12932:1997</b>      | Implantes para Cirurgia – Materiais Metálicos – Tratamento<br>Superficial.   |
|          | <b>NBR 15165:2004</b>      | Implantes em Odontologia – requisitos gerais para Marcação,<br>Embalagem e Rotulagem   |
|          | <b>NBR 14233:1998</b>      | Implantes Cirúrgicos – Materiais Metálicos – Limpeza e<br>Decapagem de Superfícies de Titânio e de Ligas de Titânio                                  |
|          | <b>ISO 5832-1:1999</b>     | Implantes para Cirurgia – Materiais Metálicos – Parte 1 : Aço<br>Inoxidável Conformado   |